وزارة التعليم العالى و البحث العلمى

BADJI MOKHTAR-ANNABA UNIVERSITY
UNIVERSITE BADJI MOKHTAR-ANNABA



جامعة باجي مختار- عنابة

Année 2018

Faculté des Sciences
Département de Physique

THESE

Présentée pour obtenir le diplôme de Doctorat en sciences

Option : Physique des Matériaux

THEME

Etude des propriétés mécaniques et magnétiques des alliages Al-Fe-Si (Sendust) élaborés par le procédé Arc Melting

Par : **BOULOUMA Amor**

Devant le jury :

Président :

AMARA Abdelaziz	Professeur	Université Badji Mokhtar Annaba

Directeur de thèse :

DRICI Abdelaziz	Professeur	Université Badji Mokhtar Annaba

Examinateurs :

RETIMA Mohamed	Professeur	ENSMM de Annaba
ELLOUZE Mohamed	Professeur	Université de Sfax (Tunisie)
LABIDI Salima	Professeur	Université Badji Mokhtar Annaba
AZZAZA Sonia	M.C.A	Université 20 août 1955 de Skikda

Membre invité :

BECHIRI Lakhdar	Professeur	Université Badji Mokhtar Annaba

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du laboratoire LEREC au département de physique à l'université de Annaba (Algérie) dont je tiens à remercier son Directeur le Professeur Mohamed GUERIOUNE, pour sa grande disponibilité et ses précieux conseils.

Mes remerciements vont aussi au personnels du laboratoire Compton et l'institut IMSE, université de Washington, Saint louis, Missouri, USA dans lequel une grande partie de ce travail a été accomplie en collaboration avec Anup Gangopadhyay , Docteur et chercheur au dit laboratoire, et le professeur Kenneth F. Kelton, Directeur de l'institut IMSE qui sont énormément remerciés pour l'intérêt qu'ils ont montré pour ce travail.

Je remercie sincèrement le Professeur DRICI Abdelaziz, Directeur de recherche au département de physique à l'université de Annaba et Directeur de cette thèse d'avoir accepté de diriger ce travail et de me guider le long de ce chemin, ainsi pour son soutien et son suivi de prés à ce travail et pour m'avoir fait partager son expérience.

Je remercie Monsieur Abdelaziz AMARA, Professeur au département de physique à l'université de Annaba d'avoir accepté être examinateur et Président de jury de cette thèse.

J'adresse mes vifs remerciements à Monsieur Mohamed ELLOUZE, Professeur à l'université de Sfax (Tunisie) ; Madame Salima LABIDI, Professeur au département de physique à l'université de Annaba; Monsieur BECHERI Lakhdar, Professeur à l'université de annaba; Monsieur RETIMA Mohamed, Professeur à l'ENSMM de annaba, Madame Azzaza sonia, Maître de Conférence « A » au département de physique à l'université de Skikda, pour avoir accepté d'être examinateurs de cette thèse.

Mes remerciements vont également à Madame Pr. Alleg Safia, Directrice de recherche au laboratoire LM2S pour son aide précieux durant les caractérisations magnétiques (VSM), ainsi à la direction de l'école nationale supérieure des mines et métallurgie (ENSMM) de Annaba pour m'avoir autorisé les caractérisations de la micro dureté HV.

Je remercie mon établissement ESTI de Annaba où je suis recruté pour le soutien financier qu'il m'a accordé lors de mes séjours durant cette thèse sans oublié celui aussi de

l'université de Hassiba Benbouali à Chlef, mon ancien établissement où j'ai trouvé l'accueil et l'aide durant toute ma période de travail.

Je n'aurai jamais oublié le défunt, le Docteur BENALDJIA Abdelaziz, pour son énorme contribution, ses précieux conseils, sa disponibilité tout le long de cette thèse, je le remercie également pour sa disponibilité, ses qualités humaines et pour toutes les discussions relatives à l'avancement de cette thèse. Je n'oublierai jamais son soutien dans certains moments très difficiles, il avait su toujours trouver les mots pour me motiver. Que Dieu l'accueille dans son vaste paradis.

J'ai sincèrement apprécié durant ces années de thèse la bonne ambiance et la solidarité qui règne entre les doctorants au laboratoire LEREC, au département de physique à l'université de Annaba.

Je tiens à remercier toutes les personnes sympathiques que j'ai pu rencontrer au cours de ces années dans l'équipe.

Enfin je ne saurai finir sans exprimer ma profonde gratitude à ma famille, en particulier à mes parents qui m'ont toujours apporté leur réconfort et leur soutien constant.

((لَقَدْ أَرْسَلْنَا رُسُلَنَا بِالْبَيِّنَاتِ وَأَنزَلْنَا مَعَهُمُ الْكِتَابَ وَالْمِيزَانَ لِيَقُومَ النَّاسُ بِالْقِسْطِ ۖ وَأَنزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنَافِعُ لِلنَّاسِ وَلِيَعْلَمَ اللَّهُ مَن يَنصُرُهُ وَرُسُلَهُ بِالْغَيْبِ ۚ إِنَّ اللَّهَ قَوِيٌّ عَزِيزٌ))

الآية 25 من سورة الحديد

Résumé:

Cette étude porte sur la préparation des matériaux sendust Al-Fe-Si par Arc Melting, et d'étudier, par suite, l'effet des différents composants sur les propriétés, structurales, mécaniques (la dureté Vickers HV) et magnétiques (cycle d'hystérésis, variation de la susceptibilité magnétique en fonction de la température dans l'intervalle 25-225°C).

Les résultats montrent que l'ajout ou la diminution les trois constituants (Al, Fe et Si) influe les paramètres structuraux, et provoque la formation de la solution solide bcc-Fe(Al,Si) quasi denses , et seul l'ajout de 5 atome % en Si donne une phase ordonnée $DO_3(FeAl_{0,3}Si_{0,7})$.

La micro dureté Vickers ne montre aucune dépendance à la variation de teneur en Aluminium; cependant HV augmente avec l'ajout de Si et la diminution de Fe. Le Silicium, donc, améliore la micro dureté des échantillons contrairement au Fer.

Les compostions en teneur variable en Si manifestent une susceptibilité magnétique (sous un champ magnétique de ***10 mT***) montrant une décroissance exponentielle dans l'intervalle 25-225°C avec une saturation dépendant de la composition en Si . Cependant , tous les échantillons manifestent une diminution légère de la susceptibilité magnétique en fonction de la température sauf les deux compositions Sendust -20at% Fe et Sendust +10at% Al qui subissent une chute rapide en susceptibilité montrant en même temps une température de Curie relativement basse. La composition Sendust -20at% Fe montre une température de Curie autour de 230°C et une transition de phase autour de 168°C, tandis que la composition Sendust +10at% Al montre une T_C=168°.

Les cycles d'hystérésis, à température ambiante, indiquent que tous les matériaux à différents teneurs manifestent un comportement ferromagnétique, et fournissent plusieurs paramètres magnétiques confirmant les résultats de la littérature.

De ce fait, le processus arc par fusion demeure l'un des procédures prometteuses pour l'élaboration des matériaux Sendust à haute performance.

Mots clés:

Matériaux Sendust Al-Fe-Si, Nanomatériaux, Arc Melting, micro dureté HV, transitions ordre-désordre, susceptibilité magnétique, Solutions solide du Fer. Hystérésis magnétique, Température de Curie, transition de phase, Champ coercitif, aimantation rémanente, aimantation de saturation.

.

Abstract:

Our study deals with the preparation of the Al-Fe-Si sendust materials by Arc Melting, and to study, consequently, the effect of the different elements on structural, mechanical (HV Vickers hardness) and magnetic properties (Hysteresis loop, variation of magnetic thermo-susceptibility in the range 25-225 ° C).

The results show that the addition or reduction of the three constituents (Al, Fe and Si) influences the structural parameters, and leads to the formation of the bcc-Fe (Al, Si) solid solution which is almost dense, and only the addition of 5 atom% of Si gives rise to the DO_3 ($FeAl_{0.3}Si_{0.7}$) ordered phase.

The Vickers micro-hardness shows no dependence on the variation of aluminum content; however HV increases with the addition of Si and the decrease of Fe. Silicon, therefore, improves the micro hardness of the samples unlike iron.

Different Si content compositions exhibit magnetic susceptibility (under ***10 mT*** magnetic field) with exponential decay behaviour over 25-225 ° C temperatures with saturation dependance on Si. However, all the samples show a slight decrease in magnetic susceptibility as a function of temperature except for the two Sendust-20at% Fe and Sendust + 10at% Al compositions which undergo a rapid fall, showing at the same time a relatively low Curie temperature. . The Sendust-20at% Fe composition shows a Curie temperature around 230 ° C and a phase transition around 168 ° C, whereas the Sendust + 10at% Al composition shows a T_C = 168 °C.

Hysteresis loops, at room temperature, indicate that all materials at different grades are ferromagnetic, and provide several magnetic parameters confirming the results of the literature.

As a result, the arc-by-fusion process remains one of the promising procedures for developing high-performance Sendust materials.

Keywords:

Sendust Al-Fe-Si materials, Nanomaterials, Arc Melting, HV micro hardness, order-disorder transitions, magnetic susceptibility, Iron solid solutions. Magnetic hysteresis, Curie temperature, phase transition, Coercive field, remanent magnetization, saturation magnetization.

ملخص:

تتناول دراستنا إعداد الخلائط Al-Fe-Si (غبار سنداي) بواسطة القوس ، ومن ثم دراسة تأثير المكونات المختلفة على الخصائص الميكانيكية (صلابة فيكرزHV) والخصائص المغناطيسية: دورة المغنطة و التغيرفي النفاذية المغناطيسية كدالة لدرجة الحرارة في المدى 25-225 درجة مئوية).

وأظهرت النتائج أن تغيير نسبة أحد المكونات الثلاثة يؤثر على البنبة البلورية (تابث الشبكة، حجم الجسيمات، التشوه البلوري) ، ويؤدي إلى تشكيل المحلول الصلب bcc-Fe عالي الكثافة، و أن إضافة من 5 ذرة٪ إلى Si فقط هي من تؤدي إلى تشكل الحالة المنتظمة $(FeAl_{0.3}Si_{0.7})$ DO_3.

تظهرالنتائج أن صلابة فيكرز لا تتعلق بتغير محتوى الألومنيوم، ولكنها تزداد بزيادة السيليكون و تنقص مع زيادة الحديد.

تظهر النفاذية المغناطيسية في نطاق 25-225 درجة مئوية (تحت حقل ***10 mT***) سلوكا أسيا في العينات ذات التغير في السليكون. جميع العينات أبدت انخفاضا طفيفا في النفاذية المغناطيسية بتغيردرجات الحرارة ما عدا التراكيب Sendust-20at% Fe و Sendust + 10at% Al فأظهرت إنخفاضا سريعا في النفاذية المغناطيسية مصحوبا بدرجة حرارة كوري منخفضة نسبيا . التركيب Sendust-20at% Fe يظهر درجة حرارة كوري في جوار 230 درجة مئوية و درجة حرارة تحول في البنية في حوالي 168 درجة مئوية، في حين يظهر التركيب Sendust + 10at% Al درجة حرارة $T_C = 168$ °C .

تشير دورات التمغنط، في درجة حرارة الغرفة، إلى أن جميع التراكيب تظهر سلوك مغناطيسي حديدي، وتوفر العديد من الوسائط المغناطيسية التي تدعم النتائج المتداولة.

وعليه، فإن الإنصهار بالقوس تعد طريقة جد فعالة وواعدة لإنتاج مواد غبار سنداي عالية الأداء و الجودة

كلمات مفتاحية :

غبار سنداي (Al-Fe-Si)، المواد النانوية، الإنصهار بالقوس، صلابة فيكرز، التحول فوضى نظام، الإنتقال اضطراب نظام ، النفاذية المغناطيسية، محلول الصلب الحديدي، دورة التمغنط ، درجة حرارة كوري، التحول البنيوي ، حقل قسري، المغنطة الدائمة ريماننت، مغنطة التشبع.

Table des matières

Liste des figures et tableaux

Chapitre I

Chapitre II

Chapitre III

Annexe

Chapitre II

Chapitre III

Annexe

Introduction générale

Introduction générale

Il y a eu une demande croissante pour le développement des matériaux magnétiques pour applications à haute fréquence. En général, ces matériaux comprennent le fer de haute pureté, des alliages à base de fer constitués de quelques composants: binaire (Fe-X), ternaire (Fe-X-Y) ou des systèmes de composants plus élevés, à savoir le fer-silicium-aluminium, le fer-cobalt, le fer-nickel alliages, etc.

La première étude approfondie de l'équilibre des phases de l'ensemble du système Fe-Al-Si a été réalisée en 1940 , dans laquelle on a utilisé le fer électrolytique, l'aluminium pur et de silicium métallique (pureté non précisée). Plus de 150 alliages ternaires ont été préparés en utilisant des alliages de compositions choisies dans un four à arc, sous atmosphère d'hydrogène avec du NaCl en tant que flux sur la surface en fusion de l'alliage.

Les alliages Fe-Si-Al de composition autour de 85% Fe, 10%Si, 5%Al en masse, connu sous le nom sendust ont été tout d'abord développés à l'université de Tohoku à Sendai au Japon en 1936; nommés par ses développeurs pour refléter la fait que sendust est un matériau fragile sous forme de poudre ou de poussière, (Sen dust ; poussière de Sendai). Elle est inventée comme alternative au permalloy dans les applications de bobines pour réseaux téléphoniques. Les noyaux de sendust ont une perméabilité magnétique élevée (jusqu'à 140 000), de faibles pertes, une faible coercitivité (5A/m), une bonne stabilité à la température et une densité de flux de saturation jusqu'à 1T.

En raison de sa composition chimique et de sa structure cristallographique, les matériaux sendust montre simultanément une magnétostriction inexistante ainsi qu'une constante anisotropie magnéto cristalline K_1 nulle. matériaux sendust sont plus dure que le permalloy, et sont donc utile dans des applications telles que l'usure par abrasion magnétique des têtes d'enregistrement.

Dans le but d'étudier ce type d'alliages, une procédure expérimentale a été entamée pour élaborer plusieurs échantillons par la méthode Arc Melting tout en visant l'étude de l'effet de chaque élément de cet alliage sur les différentes propriétés structurale (paramètre cristallin, porosité, micro défromations, ..), mécanique (micro dureté HV) et magnétiques (cycles d'hystérésis, susceptibilité en fonction de la température)

Ce manuscrit de thèse est structuré selon trois chapitres :

Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur le système Fe-Si-Al et les matériaux Sendust et ses différentes caractéristiques.

Les techniques et les conditions expérimentales suivies pour l'élaboration et la caractérisation des matériaux feront l'objet du deuxième chapitre.

En troisième chapitre, sont présentés les résultats expérimentaux relatifs aux diverses caractérisations, aux mesures et leurs interprétations.

Enfin une conclusion générale a été faite suivie d'une partie annexe.

Chapitre I : Système Al-Fe-Si

I.1. Introduction

Le système contient de nombreux alliages technologiquement importants, tels que les feuilles métalliques, les produits en tôle pour l'emballage alimentaire, les condensateurs, les feuilles d'impression lithographique et alliages magnétiques pour transformateur. En outre, le fer et le silicium, originaires du minerai de bauxite et le matériau d'anode, sont présents dans presque tous les industries d'aluminium. Le silicium métallurgique contient également, entre autres, l'aluminium et le fer sous forme d'impuretés.

Par conséquent, il existe de nombreuses études expérimentales sur le diagramme d'équilibre du système ternaire, dont les résultats ont été revus de temps en temps [1 , 2 , 3 , 4 , 5]. Le système donne un grand nombre de phases ternaires, stables et métastables ; et au moins dix-neuf réactions invariantes au cours de solidification ternaires qui le rendent difficile à établir une équilibre de phases.

Les difficultés sont davantage multipliées par les effets de la métastabilité, éléments d'impuretés, réactions incomplètes, surfusion, et de nombreuses réactions à l'état solide qui ne sont pas bien comprises. La plupart des travaux antérieurs [6, 7] étaient portés sur l'étude des microstructures des alliages diluée à base d'Aluminium. Les limites de phase des alliages riches en Aluminium qui sont à 475 ° C ont été déterminées par la technique de recuit de diffusion [8]. Grâce à de nombreux résultats [9 , 10] , les équilibres de phases des alliages riches en Aluminium sont bien établis .

La première étude approfondie de l'équilibre des phases de l'ensemble du système a été réalisée en 1940 [11], dans laquelle on a utilisé le fer électrolytique, l'aluminium pur et de silicium métallique (pureté non précisée). Plus de 150 alliages ternaires ont été préparés en utilisant des alliages mères de compositions choisies dans un four à arc, sous atmosphère d'hydrogène avec du NaCl en tant que flux sur la surface en fusion de l'alliage, suivi d'un refroidissement à une vitesse de 2 à 3 K par 5 à 10 sec. Dans certains cas, afin de confirmer et d'identifier les réactions à l'état solide, les courbes de refroidissement ont été complétées par une série de chauffage. Takeda et al. a utilisé la métallographie, DRX, analyses thermique, magnétique et dilatométrique pour établir les équilibres de phases [11].

On a rapporté six phases ternaires, qui se forment tous par réactions péritectiques. On a également présenté un ensemble complet de plusieurs sections verticales de 500 ° C à la température de liquidus. A partir des résultats précédents, une section isotherme probable à 600 ° C a été construite [12]. L'angle riche en fer a été largement étudié jusqu'à 50 % at. Al et 35 % at. Si à l'aide des techniques DTA, thermo- magnétométrie, microdureté et diffraction

des rayons X [13]. Les équilibres de phases impliquant phases ordonnées et désordonnées dans les alliages riches en fer ont été déterminés par plusieurs auteurs [14, 15] dans une plage de température allant de 450 à 700 ° C en utilisant la microscopie électronique à transmission. Des récentes études de l'angle riche en Aluminium, pour les alliages jusqu'à 14 % at. Si et 35 at. % Fe ont été effectuées [16, 10].

La technique de diffraction des rayons X, la microsonde électronique et l'analyse thermique ont été utilisées pour établir la surface de liquidus, et les sections isothermes à 570 et 600 ° C. Ces résultats ont été légèrement modifiés [17] pour les rendre compatibles avec les règles thermodynamiques de la construction du diagramme de phase. On a rapporté dix phases ternaires, et une section isotherme à 600 ° C [18]. Krendelsberger [19] détermina une section partielle isotherme à 550 ° C. Environ 100 alliages, contenant jusqu'à 50 at. % Fe et 50 at. % Si, ont été utilisés. Les équilibres de phases ont été établis par l'usage extensif de diffraction des rayons X, l'analyse EDS, et la métallographie optique. Les ensembles de données thermodynamiques du système ternaire ont été évalués par plusieurs auteurs [20, 21, 22].

I.2. Transitions de phase ordre-désordre

Il y a eu des études approfondies, expérimentale et théorique, des transitions ordre-désordre des alliages ternaires riches en Fer. La solubilité solide mutuelle entre Fe_3Al et Fe_3Si a été bien établie. La solubilité solide et le comportement magnétique de Fe_3 (Al, Si) a été corrélée avec le rapport électrons/atome [23,24]. L'existence des phases ordonnées α_1 (Fe_3Al et Fe_3Si ayant l'ordre de type $D0_3$ ou BiF_3) et α_2 (FeAl et FeSi ayant l'ordre de type B_2 ou CsCl) le long de la section Fe_3Al-Fe_3 Si a été étudiée [25] par des moyens de diffraction de rayons X à haute température et l'enregistrement de la disparition des réflexions de super-réseau $D0_3$ {111} et {200} en fonction de la température et de la composition. Selisski [26] a mesuré le paramètre de maille des alliages à 13% en masse de Al et 18% en masse de Si et observé un point de flexion dans le paramètre de maille contre la courbe de composition qui a été attribué à la réaction d'ordre et la formation de Fe_3 (Al, Si) ayant la superstructure $D0_3$. Ceci a été soutenu par des mesures de chaleur spécifique en fonction du rapport Si / Al par Sato [27], qui a trouvé que la réaction, accompagné par un petit changement dans l'énergie de Gibbs est suggestive d'une réaction de second ordre. Cependant, avec l'addition de Si dans Fe_3Al, les énergies d'ordre augmentent de façon monotone [28]

Les transitions ordre-désordre le long de la section Fe_3Al-Fe_3Si ont été inevesties à l'aide de la microscopie électronique à transmission (MET) [29] et la méthode magnétique

[30]. Cependant, il existe encore une certaine controverse concernant la séquence de transitions d'ordre le long de cette section. Des études antérieures [25, 28] indiquent que la séquence des réactions d'ordre (pendant un refroidissement) est toujours $(\alpha Fe) \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_1$ le long de la section Fe_3Al-Fe_3Si. Cependant, des études récentes [29, 30] indiquent que par substitution de plus de 50% des atomes d'aluminium par les atomes de Si, (αFe) se transforme directement en structure D_{03}. [31] a étudié deux types de processus d'ordre avec une séparation de phase $\alpha_2 \rightarrow (\alpha Fe + \alpha_1)$ et $\alpha_1 \rightarrow (\alpha Fe + \alpha_1)$ dans un alliage Fe-6Al-9Si (at.%) en utilisant la diffraction des rayons X et la microscopie électronique à transmission. Les structures monophasées α_1 et α_2 ont été retenus par une trempe de l'alliage entre 700 et 900 ° C, respectivement. Les résultats de Polishchuk et Katsnel'son [25,28] indiquent que l'addition de Si dans Fe_3Al augmente la température de transition $\alpha_1 \rightarrow \alpha_2$, tandis que celle de $\alpha_2 \rightarrow (\alpha Fe)$ augmente jusqu'à environ 12,5 at. % de Si au-delà de laquelle il se stabilise.

L'augmentation initiale de la température d'ordre est cohérente avec l'observation de Niculescu [23], ceci est confirmé ensuite par Fortnum [32]. Une étude récente de mesures magnétiques [30] indique que la température de transition $(\alpha Fe) \rightarrow \alpha_2$ et $\alpha_2 \rightarrow \alpha_1$ varie de façon non monotone avec l'augmentation en teneur de Si comme représenté sur la figure 1. Des ajustements secondaires ont été apportés à la figure 1 pour se conformer au diagramme de phase binaire Al-Fe, et aussi en tenant compte des résultats de Chang [29] que la température d'ordre $(\alpha Fe) \rightarrow \alpha_1$ de Fe_3 $(Al_{0.392}Si_{0.608})$ est supérieure à 1050 ° C. Même si l'effet du silicium sur la séparation phases ordonnées induites autour de Fe_3Al n'a pas été étudié en détail, il est important de noter que Morris [33] a observée la microstructure $(\alpha Fe) + \alpha_1$ dans un alliage Fe-17Al-1Si (at. %) autour de 400 à 600 ° C.

Il est prévu que la topologie des limites de phase impliquant l'ordonnée (α_1, α_2) et phases désordonnées (αFe) près de Fe_3Al suivra les caractéristiques générales des diagrammes de phases associées à des points multicritiques [35]. Pour ces raisons, plusieurs modifications sont proposées à la figure 1, représenté en traits pointillés, au voisinage de Fe_3Al. Même si, en général, la nucléation et la croissance de α_1 dans α_2 est plus facile que dans la matrice (αFe), la transformation directe $(\alpha Fe) \rightarrow \alpha_1$ dans certaine plage de composition a été attribué à l'abaissement de l'énergie potentielle atomique lorsque les atomes d'aluminium sont substitués par des atomes de silicium ; cela provoque la formation de différents types des frontières en phase-opposée, et les changements correspondants dans la

configuration de dislocation conduit à doubler les dissociations des dislocations du super-réseau [29].

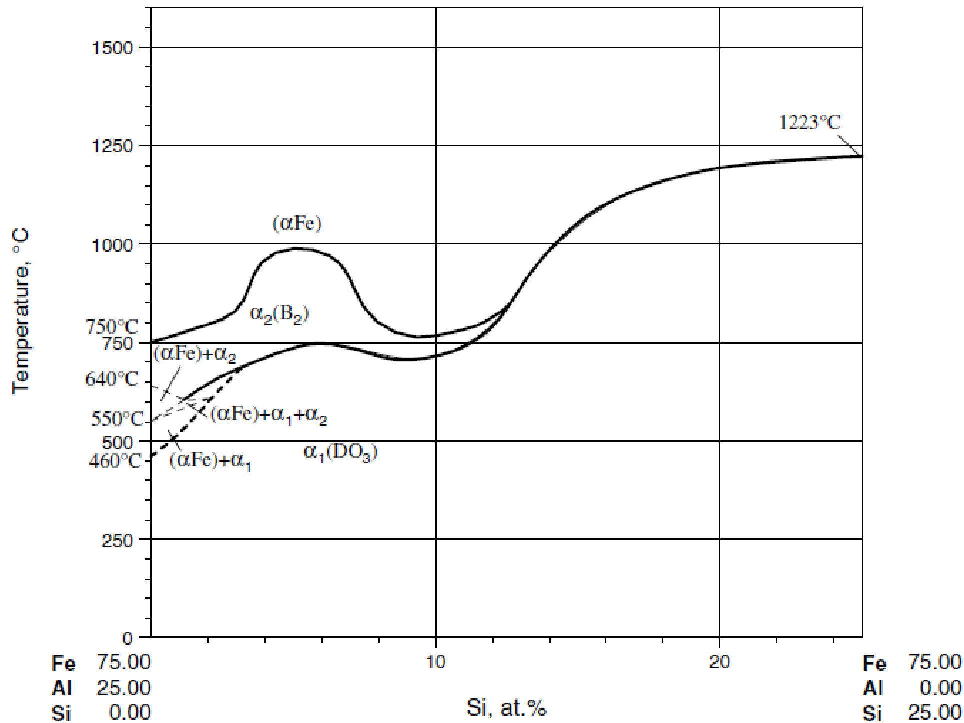


Figure 1 : Les sections Fe3Al-Fe3Si montrant les limites de phases (bcc désordonné) α1(D03),α2(B2) et (αFe) [34]

En fonction de la composition de l'alliage, la nucléation des phases ordonnées peut également avoir lieu directement à partir de la masse fondue. Des étude TEM et spectroscopie Mössbauer [36] sur des alliages Fe-5.4Al-9.6Si (% en masse) a révélé que le type d'ordre B_2 a lieu directement à partir de la fusion qui subit ensuite un ordre $D0_3$. En outre, Polishchuk [25] a observé que les réflexions de super-réseau $D0_3$ persistent jusqu'au point de fusion dans un alliage de Fe_3Al +12% at.Si.

Une conclusion similaire a été également faite par Garrod [37] qui a étudié la transition ordre-désordre, après la trempe de différentes températures, dans un alliage Fe-9.7Si-5.5Al (% en masse). Par trempe rapide d'un alliage de silicium Fe-5,4% Al-9,6% en masse, on a observé [36] que les vacants excédentaires sont introduits ce qui occupent des positions de sous-réseau ordonné , donnant naissance à une nouvelle superstructure cristallographique du type $D0_3$. Ce type de domaine d'ordre des lacunes induites, d'une structure de cristal à une autre, a été également observé dans une autre composition [38]. L'étude par spectroscopie Mössbauer de $Fe_{73}Al_{11}Si_{16}$ (ALSIFER27) et $Fe_{68}Al_{22}Si_{10}$ (ALSIFER32) [39] a révélé que l'excès d'atomes diamagnétiques occupent préférentiellement certains sites du réseau de $D0_3$ qui ne sont pas observées par la diffraction des rayons X. Ils

ont fait valoir que les méthodes de poudre utilisée dans diffraction des rayons X peuvent ne pas représenter les réactions d'ordre des matériaux massifs. En outre, l'étude par spectroscopie Mössbauer de la structure $Fe_3Al_{1-x}Si_x$, pour $0 \le x \le 1$, indique que le traitement « ordre-recuit » est accompagné d'une séparation de type Fe_3Al et Fe_3Si de l'environnement local [40]. Toutefois, cela n'a qu'un faible influence sur les propriétés physiques et le facteur prédominant de la composition de l'échantillon. Dobrzynski [41] a déterminé les emplacements atomiques dans les alliages $Fe_{3-x}Al_xSi$ avec x=0.1, 0.2 et 0.3 ayant une structure $D0_3$, où les atomes d'aluminium sont confirmés à occuper les sites du fer. Morris [33] a étudié la cinétique de l'ordre et la séparation de phase dans un alliage Fe-17%Al-1%Si (en atomes) dans une gamme de température allant de 400 à 600 ° C, où il a suivi l'évolution de la microstructure $\alpha+\alpha_1$. il a également trouvé que la substitution partielle de Al par Si améliore la stabilité de la microstructure contre la délation, probablement due à une diminution diffusivité et une réduction de traction inadaptées.

Une étude théorique de processus d'ordre en $Fe_{0.5}$ $(Al_{1-x}Si_x)_{0.5}$ [42] prévoit une augmentation de la température ordre-désordre. En plus, ils ont prédit que le silicium substitue préférentiellement le fer dans $Fe_{0.5}$ $(Al_{1-x}Si_x)_{0.5}$.

I.3. Sections isothermes

La figure 2 montre la section isotherme à 1000 ° C [12], déduite des sections polythermiques de Takeda [11]. A 1000 ° C, une seule phase ternaire τ_1 est stable qui est prédite également du schéma de réaction (Figure 1 à l'annexe). En outre, sur la figure 2, la limite entre (αFe) et α_2 est représentée par une ligne en pointillés qui est une interpolation linéaire entre les limites de composition des deux bords binaires. L'extension des phases intermédiaires binaires dans le régime ternaire n'est donnée que comme approximation. La figure 3 montre la section isotherme de l'angle de l'aluminium à 640 ° C [43]. Stefaniay [10] a rapporté les équilibres de phase dans un ensemble d'alliage à base d'aluminium commerciale après traitement thermique des échantillons tels que coulée pendant un mois entre 570 et 600 ° C. l'état de la chaleur traité a été mentionné comme état «quasi-équilibre» [10]. Les équilibres de phases de l'angle d'aluminium à 600 ° C sont représentés dans la figure 4, après que Prince [17] ne modifia la section isotherme ayant été rapportée par Griger et Stefania [16, 10].

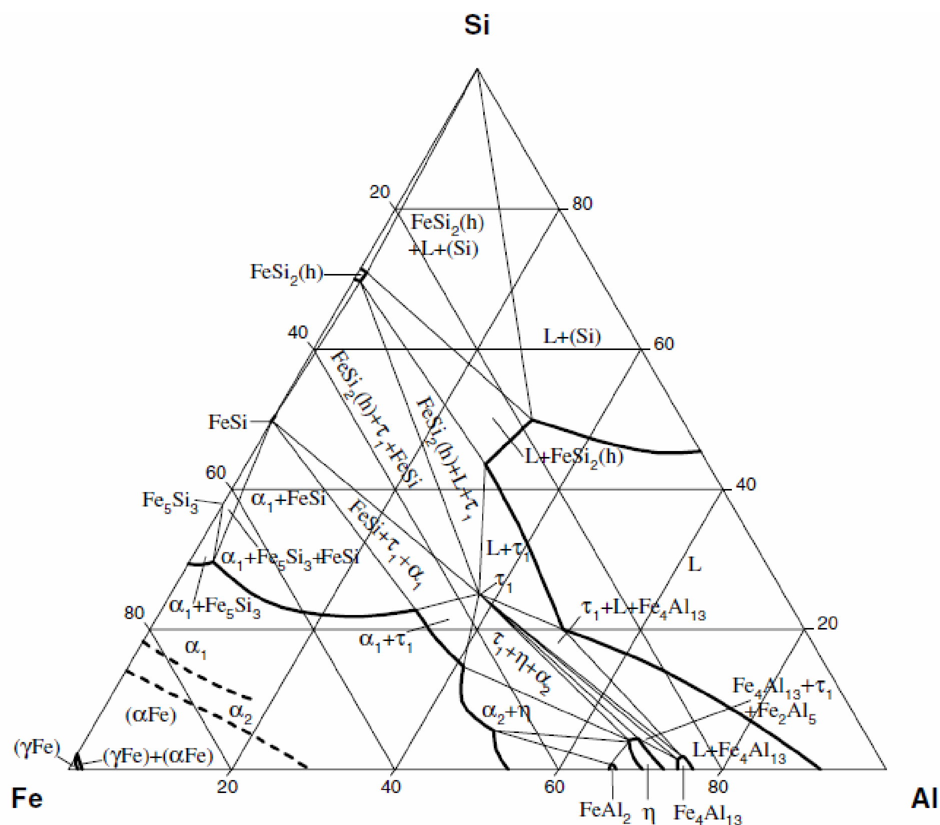


Figure 2. Al-Fe-Si. Section isotherme à 1000 °C [12]

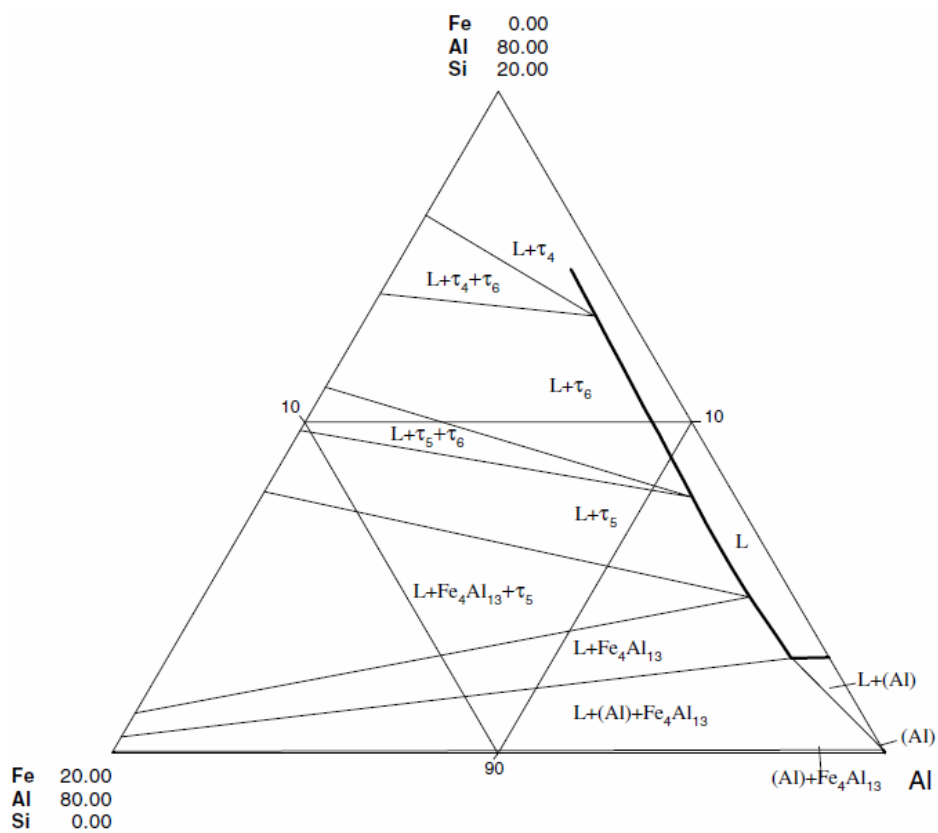


Figure 3.Al-Fe-Si. Section isotherme de l’angle d’aluminum à 640°C [43]

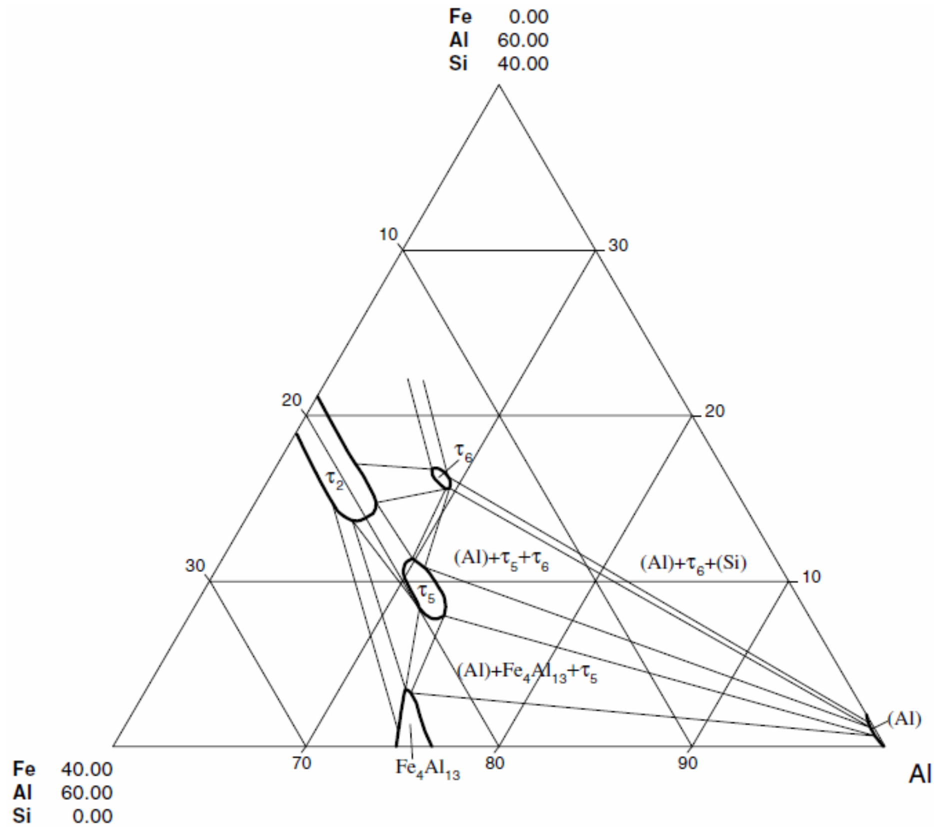


Figure 4. Al-Fe-Si. Section isotherme de l'angle d'aluminum à 570°/600°C [10,16, 17]

Il est à noter que les champs de phase (Al) + τ_6 et (Al) + τ_6+ (Si) ont été obtenues à partir des mesures sur des échantillons recuits à 570 ° C. Donc, l'existence de ces champs de phase est compatible avec le schéma de réaction de la figure 1 de l'annexe, donnant une température de 573 ° C à E_1. En outre, on a rapporté que trois composés ternaires α-FeAlSi (τ_5), β-FeAlSi (τ_6) et γ-FeAlSi, dont les détails sont donnés dans le tableau 1 de l'annexe, se cristallisent à partir du liquide [10]. Cela est aussi compatible avec le schéma de réaction proposé en figure.1 de l'annexe. Au cours du traitement thermique des coulées, les phases Fe_4Al_{13}, τ_5 et (Si) réagissent pour former la phase τ_6, mais cette réaction ne s'achève pas [10].

La figure 5 montre la section isotherme évaluée à 600 ° C. Le coin du Fer impliquant les phases ordonnées est tiré de Miyazaki [15], mais à un certain domaine de composition les régions de phase ordonnée sont encore douteuses, et elles sont présentées en pointillés. La section isotherme à 600 ° C rapporté par Zarechnyuk [18] a subi plusieurs modifications. Comme reporta ghosh [44], les phases τ_1 et τ_9 sont traitées comme étant une seule phase [19]. La composition de τ_8 est acceptée selon Yanson [45]. La figure.6 montre la section partielle isotherme à 550 ° C [19]. Même si la différence de température est seulement de 50 ° C, il existe une grande différence entre les figures 5 et 6 ; par exemple, la figure 5 montre la

présence de champ de phase (Al)+(Si)+ τ_4 qui n'est pas tenue en compte par le schéma de réaction, tandis que la figure 6 montre la présence de champ de phase (Al)+(Si)+ τ_6 qui est compatible avec le schéma réactionnel dans en figure 1 de l'annexe . Néaumoins, la figure 5 montre la présence de champ de phase τ_{10}+Fe_2A_{l5}+Fe_4Al_{13}, tandis que la figure 6 montre la présence de τ_1/τ_9+Fe_2Al_5+Fe_4Al_{13}. On trouve dans la figure 6, plusieurs limites de phase impliquant τ_8 qui sont incertaines. Krendelsberger [19] a rapporté que les tie-triangles impliquant τ_8 dépendra de sa composition, qui n'a pas été déterminée. En conséquence, certaines des limites de phase dans τ_8 sont présentées en pointillés. La figure 7 montre la section isotherme partielle à 500 ° C proposée par Dons [46] dans lequel les limites de phase ont décalé vers la droite par rapport à d'autres [47, 48, 49], afin de tenir compte l'observation des différentes phases ainsi que la quantité de silicium en solution solide dans la matrice d'aluminium (l'aluninium industriel pur). Les figures.(8, 9, 10, 11) montrent les sections isothermes de l'angle du fer à 700, 650, 550 et 450 ° C, respectivement, après que Miyazaki [15] n'étudia les alliages ternaires, contenant jusqu'à 40 at% de soluté (Al + Si) à l'aide de la microscopie électronique à transmission (TEM). Ces figures représentent les états de différents types d'ordre dans les alliages ternaires riche en Fer en fonction de la composition et la température. Miyazaki [15] a indiuqé deux types de séparation de phases $\alpha_1(D0_3)$+ α_2(B2) et (αFe)+ α_1 ($D0_3$) dans les alliages ternaires connectant Fe-10 à 14 at.% Si avec Fe-20 à 25 at % Al et aussi près de Fe-30 at% Si. La morphologie de la structure texutrée <100> en Fe-Si et Al-Fe-Si diffère de celle du système Al-Fe [15]. Les analyse DRX et TEM de Glezer [50] concernant diverses réactions ordre-désordre dans les alliages ternaires qualitativement sont en accord avec ceux de Miyazaki [15].

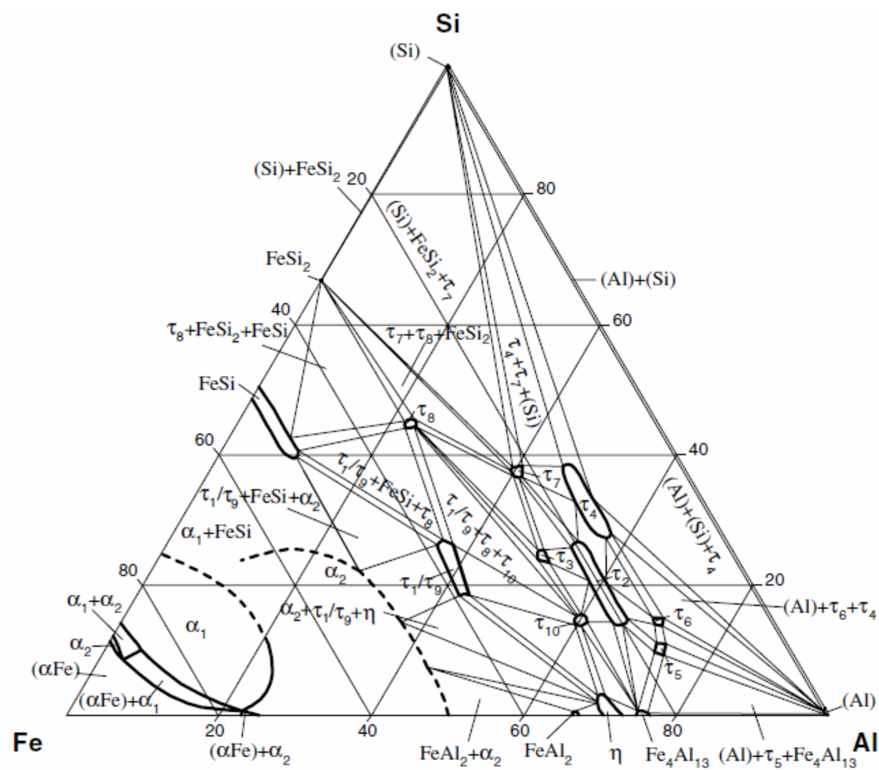


Figure 5. Al-Fe-Si. Section isotherme à 600°C [15]

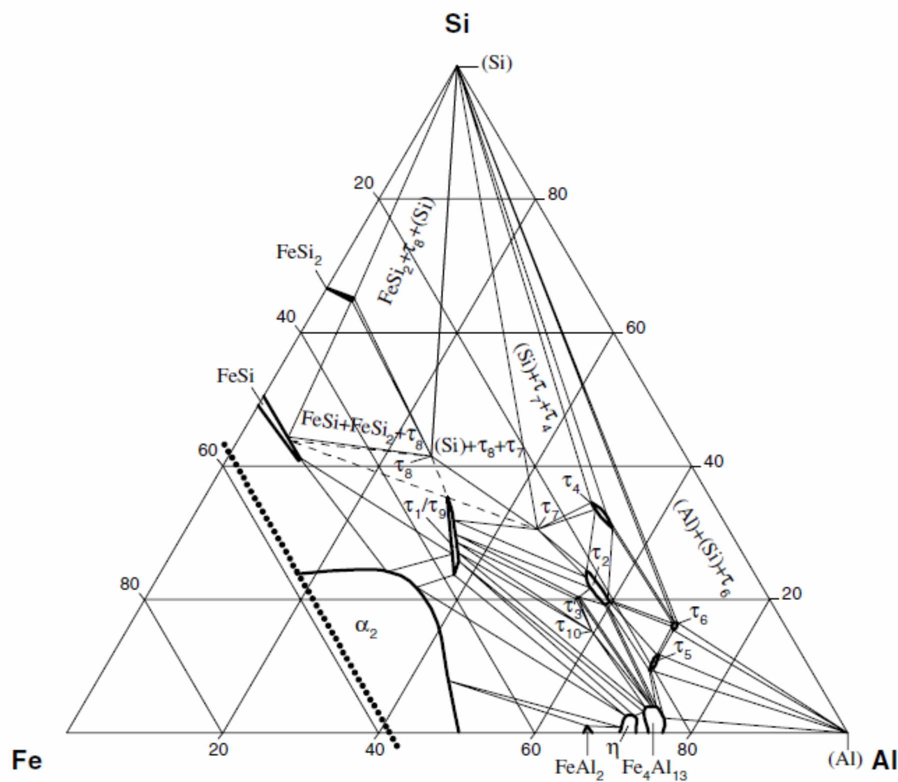


Figure 6.Al-Fe-Si. Section isotherme partielle à 550° [19]

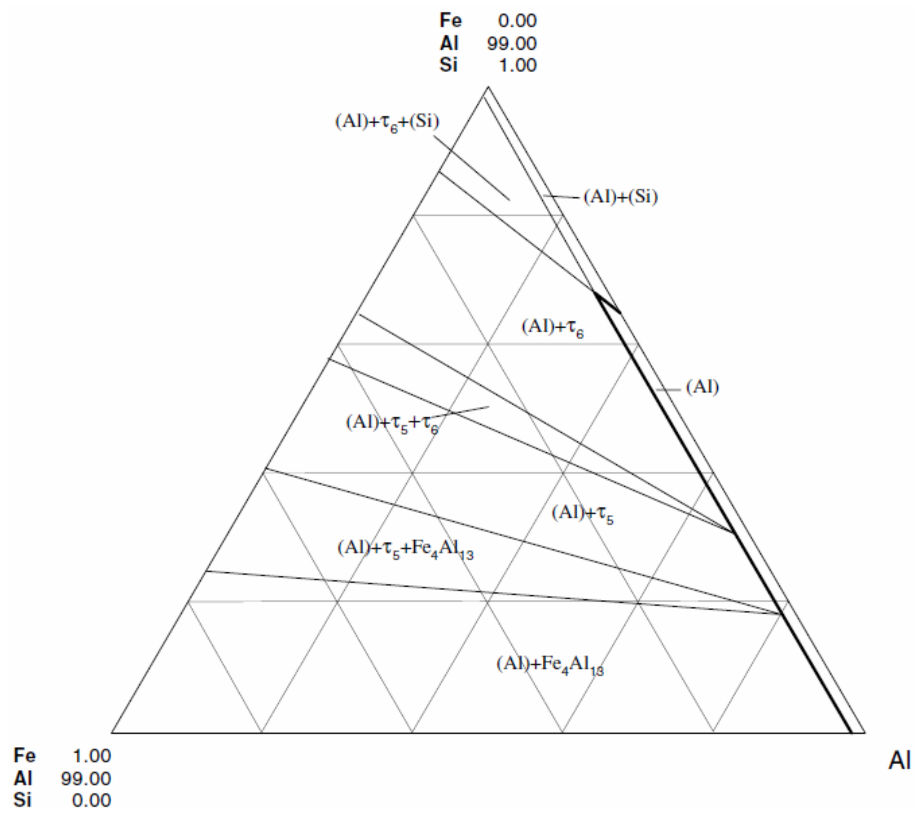


Figure 7.Al-Fe-Si. Section isotherme de l'angle d'aluminum à 500°C [46]

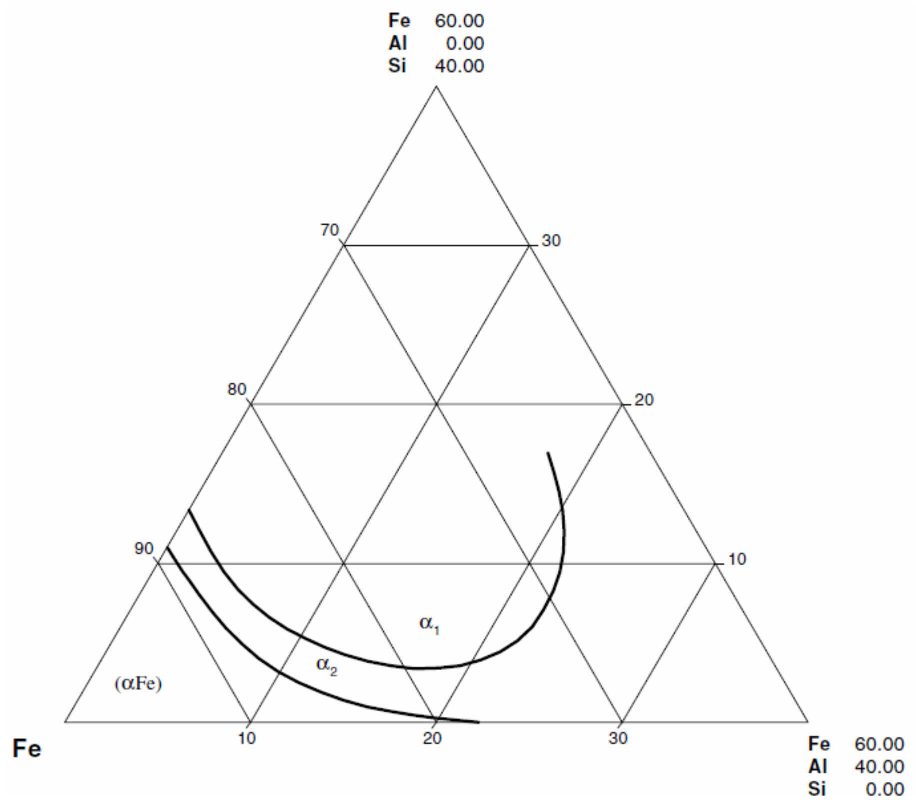


Figure 8.Al-Fe-Si. Section isotherme de l'angle riche en fer à 700°C [34]

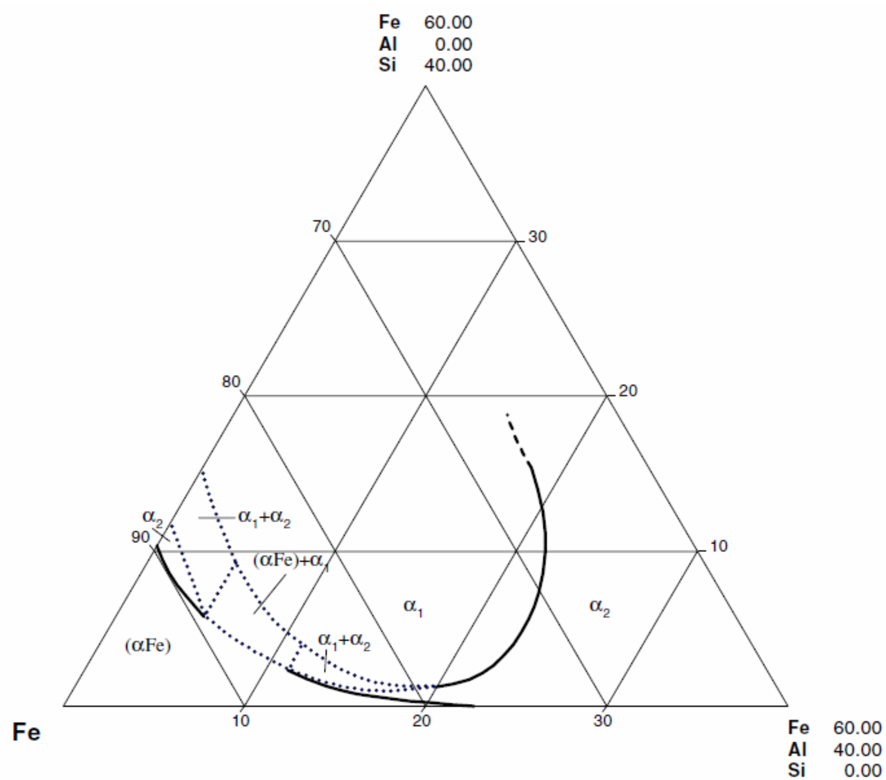


Figure 9. Al-Fe-Si. Section isotherme de l'angle riche en fer à 650°C [34]

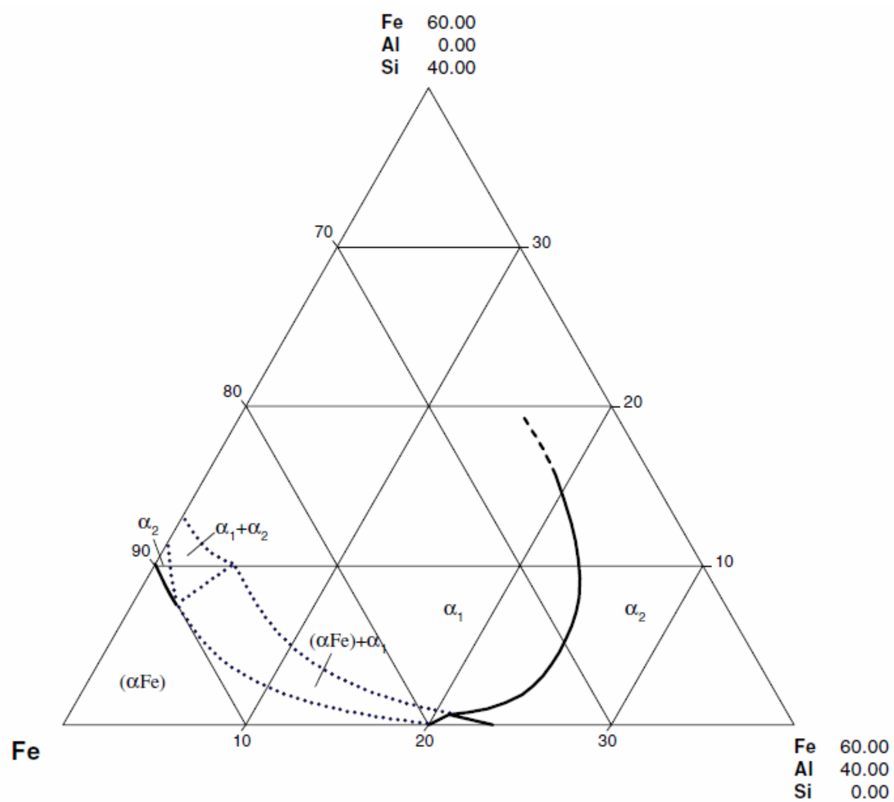


Figure 10. Al-Fe-Si. Section isotherme de l'angle riche en fer à 550°C [34]

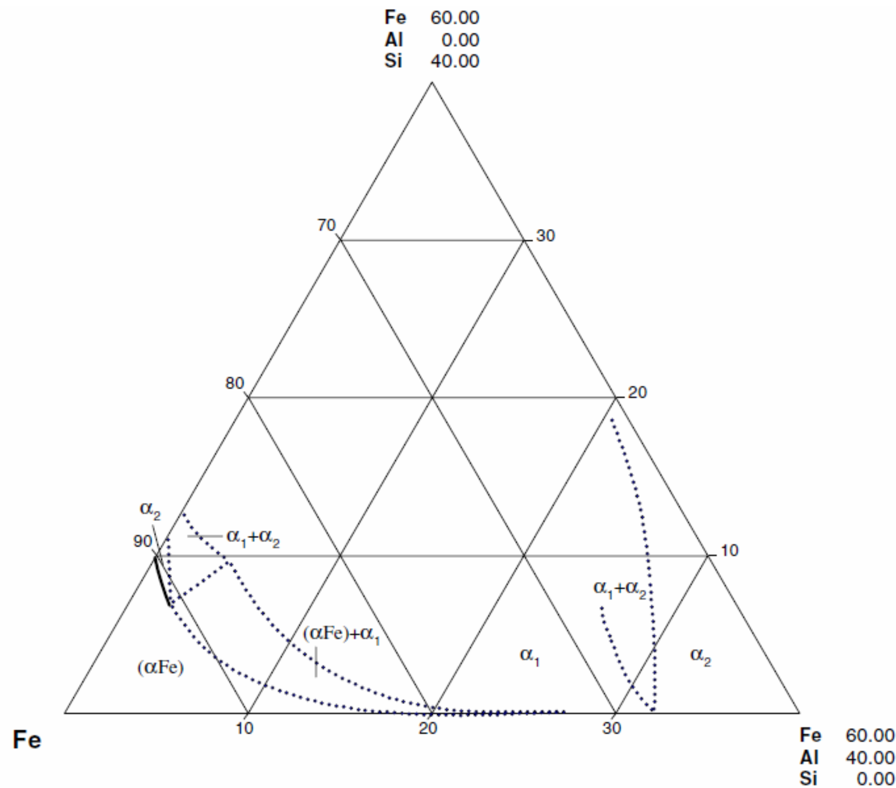


Figure 11. Al-Fe-Si. Section isotherme de l'angle riche en fer à 450°C [34]

I.4. Phases solides

En ce qui concerne les phases intermédiaires binaires, il y a que celles qui figurent dans les diagrammes de phases d'équilibre sont concernées. Par exemple ,les alliages commercial à trempe direct DC (Direct-cast Chilling) d'aluminium pure sont signalés pour contenir des phases intermédiaires de Al - Fe qui ne sont pas présents dans le diagramme d'équilibre [51 , 52 , 53] . Par conséquent, elles ne sont pas prises en compte dans les diagrammes de phase ternaires. A 550 ° C, la solubilité de Fe et Si dans (Al) est inférieure à 1 at % [19] ; néaumoins, celle de Fe et Al en (Si) est extrêmement faible.

La phase Fe_4Al_{13} est rapporté à dissoudre 0,8 % en masse de Si [54] , 0,2% en masse de Si [55] , 1,0% en masse de Si [46] , 2,9 % en masse de Si [56] , jusqu'à 6,0 % en masse de Si à 600 ° C [10] , et 4 % at. Si à 550 ° C [19]. Ceci est associé à une augmentation du paramètre *a* et une diminution du paramètre *b*; alors aucun changement significatif dans le paramètre c et β ont été retenu [10]. La dépendance de la composition des paramètres *a* et *b* de la phase Fe_4Al_{13} est exprimée par [10] :

$$a \text{ (en pm)} = 1505.0+1.14.M_{Fe}-0.41.M_{Si}$$

$$b \text{ (en pm)} = 862.8-1.41.M_{Fe}-1.3.M_{Si}$$

M_{Fe} et M_{Si} sont les pourcentages massiques de Fe et Si, respectivement.

Une analyse cristallographique détaillée de la phase Fe_4Al_{13}, à l'aide de diffraction en faisceau convergent et à la microscopie électronique à haute résolution, a été effectuée [57]. Les spectres du réseau cristallin ont révélé que les cristaux Fe_4Al_{13} sont divisés en domaines fins (quelques milliers pm) qui sont séparées par des déplacements en réseau comme défauts d'empilement [57,58]. A 550 ° C, $FeAl_2$ dissout environ 1 at%Si, et Fe_2Al_5 dissout environ 2 at% Si [19]. Les premières études ont montré que la phase $FeSi_2$ (h) dissout jusqu'à environ 0,5% en masse de Al [59, 60] qui est accompagné d'une légère augmentation à la fois dans les paramètres réticulaires *a* et *c*. Cependant, il a été trouvé plus tard que $FeSi_2$ dissout jusqu'à 10 at% Al [61, 20]. La phase FeSi dissout également une quantité substantielle de Al [62, 63], ainsi à 550 °C elle est d'environ 10 at% Al en remplacement de Silicium [19]. Les paramètres de maille à la température ambiante de la phase FeSi, $FeSi_2$ (h) et $FeSi_2$ (r) en fonction de la teneur en Al ont été déterminés [62]:

Pour FeSi:

$$a(en\ pm) = 448.1+5.4X_{Al}$$

Pour $FeSi_2$(h):

$$a(en\ pm) = 269.1+17.9X_{Al}$$

$$c(en\ pm) = 515.7+30.2X_{Al}$$

Pour $FeSi_2$(r):

$$a(en\ pm) = 986.6+7.3X_{Al}$$

$$b(en\ pm) = 778.7+10.3X_{Al}$$

$$c(en\ pm) = 782.1+27.6X_{Al}$$

X_{Al} est la fraction atomique de l'Aluminium.

Les phases Fe_3Al et Fe_3Si forment une solution solide continue. Le paramètre de maille de l'alliage le long de sections Fe_3Al-Fe_3Si et $Fe_{73}Al_{27}$-$Fe_{73}Si_{27}$ et également pour le Sendust commercial et les alliages ALSIFER 32 ont été déterminés de façon systématique précise [64]. La dépendance de la composition du paramètre de maille peut être exprimée comme suit:

Le long de la section Fe_3Al-Fe_3Si

$$a(en\ pm) = 565.54+12.846M+1.896M^2-0.7245M^3= 565.54+12.776C+1.9522C^2-0.7094C^3$$

M= fraction massique du Fe_3Al et C= fraction molaire du Fe_3Al.

Le long de la section $Fe_{73}Al_{27}$-$Fe_{73}Si_{27}$

$$a(\text{en pm}) = 564.462+11.964M+5.3929M^2-2.5M^3= 564.462+11.915.C+5.3183.C^2-2.321.C^3$$

M : fraction massique du $Fe_{73}Al_{27}$, C : fraction molaire du $Fe_{73}Al_{27}$

On a attribué des petits mais cohérents écarts par rapport à la dépendance linéaire sur la composition le long des deux sections, même si l'aluminium est remplacé par le Silicium [64]. On a également rapporté des données de paramètres de réseau limitées le long de la section Fe_3Al-Fe_3Si [65] qui sont en accord raisonnable avec ceux de Cowdery [64], tandis que Burch [65] suppose une dépendance linéaire du paramètre de maille en fonction de la composition [23, 24]. Lihl [13] a rapporté les paramètres de maille des alliages ternaires jusqu'à 30 atSi% et 47 at%Al à 200, 500, 600 et 900 °C. On a également mesuré les paramètres de maille d'alliages ternaires jusqu'à 18% en masse de Si et 13% en masse de Al [26]. Le paramètre de maille du Fe_3(Al, Si) contenant environ 10% en masse d'Al et 5% en masse de Si est signalé comme étant de 570 ± 15 pm [66]. Le paramètre de maille d'un alliage de Silicium 5,5%Fe-9,7%Al (en masse) est signalé à être 568,4 pm après trempe à l'eau et 568,54 pm après recuit pendant 24 heures à 600 ° C.

La complexité d'équilibre de phase du système Al-Si-Fe est principalement attribuée à la présence de plusieurs phases ternaires, et les réactions métallurgiques associés au cours de la solidification et au cours des traitements thermiques. Alors que certains de ces phases ternaires sont stables, beaucoup sont métastables. Au cours des dernières années, la caractérisation cristallographique détaillée des phases stables a été réalisée; cependant, les données cristallographiques actuelles de nombreuses phases ternaires métastables sont loin d'être complètes. Les difficultés de caractérisation cristallographique complète de ces phases sont le résultat de :

- (i) la présence de plusieurs phases dans une plage de composition relativement étroite à l'angle d'Aluminium.
- (ii) la structure cristalline complexe avec la présence d'une forte densité de défauts planaires en phases ternaires.
- (iii) les réactions ordre-désordre dans le coin du Fer
- (iv) de nombreuses réactions invariantes, qui dans des conditions expérimentales normales (à la fois lors de la solidification et lors des traitements thermiques) ne subissent pas de fin.
- (v) l'effet de la nucléation hétérogène sur la sélection de phase lors de la solidification.

Au cours des sept dernières années un grand nombre de phases ternaires dans le système Al-Fe-Si a été rapportés. Une étude chronologique de ces phases ternaires ainsi que

les détails des structures cristallines et paramètres de réseau des phases solides sont exposés Les intervalles de composition de l'équilibre des phases ternaires rapportées par différents auteurs sont également mentionnés , où on peut noter que certains de ces résultats sont encore controversés [34].

Neuf phases ternaires sont acceptées pour la construction des diagrammes de phases. Elles sont étiquetées de τ_1 à τ_{10}. Parmi celles-ci [11] on indique six phases ternaires, dont quatre (τ_2, τ_4, τ_5, et τ_6) sont facile à identifier. Leur étude a été principalement basé sur une analyse thermique et de l'examen de la microstructure, complétée par la diffraction limitée des rayons X. la détermination de la structure des monocristaux a été également effectuée par plusieurs auteurs tels que τ_1[45], τ_3[67], τ_4[68, 69], τ_6[70], τ_7[71] et τ_{10}[72].

Il convient de noter que, bien que la plupart des intervalles de composition sont isolées l'une de l'autre, il y a un domaine de chevauchement de composition entre les phases τ_2, τ_3 et τ_{10}.

La phase τ_1 a une structure monoclinique, et sa composition a été corrigée à partir de $Fe_3Al_3Si_2$ à $Fe_3Al_2Si_3$ [45]. Plus tard, on a établi que τ_1 et τ_9 [44] sont en fait la même phase. La phase τ_1 correspond à la phase K_1 [11] et la phase E [18], tandis que τ_9 correspondent à la phase D [18]. Krendelsberger [19] a également confirmé la structure triclinique de τ_1 / τ_9 [45]. À 550 ° C, τ_1 / τ_9 coexiste avec Fe_2Al_5, Fe_4Al_{13}, α_2, FeSi, τ_2, τ_3, τ_7, τ_{10}, et éventuellement τ_8 [19].

Zarechnyuk [18] a représenté le domaine d'homogénéité des τ_2 (la phase K) comme étant celle de $Fe_{22}Al_{52\text{-}63}Si_{15\text{-}26}$, qui correspond très probablement à la phase K_3 de Takeda [11]. Krendelsberger [19] a représenté son domaine d'homogénéité tel que Fe $(Al_{1-x}Si_x)_7$, avec $0.2 \leq x \leq 0.33$. Comme on le voit au tableau 1, trois structures cristallines de τ_2 ont été rapportées. Krendelsberger [19] indexe le diagramme de diffraction des rayons X de τ_2 en utilisant la cellule monoclinique unitaire proposée par Munson [73]. À 550 ° C, τ_2 coexiste avec Fe_4Al_{13}, τ_1 / τ_9, τ_3, τ_4, τ_5, τ_6 et τ_7 [19].

La phase τ_3 correspond à la phase K_2 [11] et la phase G [18], avec un domain d'homogénéité négligeable [19]. La composition de τ_3 est représentée comme $FeAl_2Si$ [18], cependant, l'analyse EDS [19] a donné $Fe_{25}Al_{56\pm1}Si1_{9\pm1}$, ou Fe $(Al_{1-x}Si_x)_3$, avec $x = 0.25$. D'autre part, on a rapporté que sa composition est $Fe(Al_{1-x}Si_x)_3$, avec x=0.33 sur la base de l'analyse XRD [67]. Il est à noter qu'il est impossible de détecter une telle petite différence de taux Al/ Si à partir d'une analyse DRX [19]. Sa structure a été confirmée pour être

orthorhombique [74,18,19,67]; cependant, il existe une différence des valeurs de paramètre de réseau. À 550 ° C, τ_3 coexist avec Fe_4Al_{13}, τ_1/τ_9, τ_2 et τ_{10}[19].

La phase τ_4 monophasée de composition Fe $(Al_{0.6}Si_{0.4})_5$ [19] correspond à la phase de K_4 [11] et la phase A [18] , et a une structure tétragonale [75], ce qui a été confirmée par la suite par plusieurs auteurs [76,74, 68, 19]. À 550 ° C, τ_4 coexists avec (Si), τ_2, τ_6 et τ_7 [19].

La phase τ_5 correspond à la phase K_5 [11] et la phase M [18]. Souvent, il est également désigné comme α-AlFeSi. Sa stoechiométrie peut être décrite comme $Fe_{46}(Al_{0.875}Si_{0.125})_{200-x}$, avec x = 7 [19]. La structure hexagonale de la phase τ_5 a été signalée [77], et confirmée par la suite [79, 78, 73, 19]. Des études antérieures [80,76] ont rapporté une structure cubique de τ_5, ce qui a été attribué à des traces (≈0.3 masse %) de métaux de transition dissous tels que Mn ou Cu qui pourraient avoir stabilisé la symétrie cubique à l'expansion de la structure hexagonale [55, 73]. A 550 ° C, τ_5 coexiste avec (Al), Fe_4Al_{13}, τ_2, et τ_6 [19].la phase τ_6 correspond à la phase K_6 [11] et la phase L[18]. Souvent, il est également désigné comme β-AlFeSi. Sa stoechiométrie est $FeAl_{4,5}Si$. En dépit de nombreuses études, la structure cristalline de τ_6 est encore controversée. Alors que des études de diffraction des rayons X ont signalé sa structure pour être monoclinique [81, 82, 79, 76, 19], les études de diffraction électronique en faisceau convergent constate que τ_6 est orthorhombique [83, 84]. En fait, aucune phase monoclinique n'a été trouvées dans des études microscopiques [84]. Il a été conclu que la mauvaise interprétation des données de diffraction des rayons X indexées par une cellule monoclinique peut être dû à l'intercroissance de différentes phases, et une forte densité de défauts planaires. A 550 ° C, τ_6 coexiste avec (Al), (Si), τ_2, τ_4 et τ_5 [19].

Pratt [85] corrèle la formation de τ_5 et τ_6 au taux d'électron-atome. Mora [86] a analysé la composition des phases intermétalliques par la technique de microsonde électronique et les regroupé en deux catégories en fonction de la taille et des taux Fe / Si qui peut correspondre aux phases τ_5 et τ_6. Cependant, ce dernier[86] a rapporté des particules «indéterminé» ayant une taille intermédiaire et un taux Fe / Si entre 2,75 et 2,25. On a postulé que la phase τ_5 est métastable et peut remplacer la phase τ_5 à des taux de refroidissement supérieurs à 200 K / min [87]. Suzuki et Nagy [88,89] ont rapporté des spectres Mössbauer aux phases τ_5 et τ_6, la première a un spectre relativement complexe, et la dernière a donné un autre relativement simple.

La phase τ_7 correspond à la phase B [18], et elle a une portée d'homogénéité négligeable [19]. Basé sur les données EDS, la stoechiométrie de τ_7 est $Fe_{25}Al_{45}Si_{30}$, ou Fe $(Al_{1-x}Si_x)_3$, avec x = 0,4 [19] .d'autre part, sur la base des données de DRX, Gueneau [71] propose que la stoechiométrie de τ_7 est $Fe_2Al_3Si_3$, ou Fe $(Al_{1-x}Si_x)_3$, avec x = 0,5, ce qui reflète une différence en taux Al / Si. Néanmoins, la structure monoclinique de τ_7 rapporté [71] ce qui a été également confirmé plus tard [19]. L'observation de $Fe_5Al_8Si_7$ [20] correspond très probablement à τ_7 [19], basé sur l'hypothèse d'une composition décalée similaire à τ_1, même si Anglezio [20] n'a pas déclaré sa structure cristalline. À 550 ° C, τ_7 coexiste avec (Si), τ_1 / τ_9, τ_2, τ_4 et τ_8 [19].

La phase τ_8 correspond à la phase C de Zarechnyuk [18]. Sa stoechiométrie peurrait aller de Fe $(Al_{1-x}Si=)_2$, avec x = 0,5 [18] à $Fe(Al_{1-x}Si_x)_2$, avec x = 0,67 [45]. Elle dispose d'une structure orthorhombique [45, 19]. L'observation de $Fe_5Al_5Si_6$ [20] correspond très probablement à τ_8 [19], basée sur l'hypothèse d'une composition décalée similaire à τ_1, même si Anglezio [20] n'a pas déclaré sa structure cristalline. La phase τ_{10} correspond à la phase F [18] avec $Fe_{25}Al_{60}Si_{15}$ comme stoechiométrie. Zarechnyuk [18] a indiqué que sa structure en alliage de coulée est différente de celle au recuit, qui a été confirmé plus tard [10]. La structure hexagonale de τ_{10} est prototypique des deux structure Co_2Al_5 et Mn_3Al_{10}. German [72] a suggéré Mn_3Al_{10} comme structure type de τ_{10} recuit à 600 ° C, tandis que Krendelsberger [19] a indiqué la même structure dans l'alliage de coulée. À 550 ° C, τ_{10} coexiste avec Fe_4Al_{13}, τ_1 / τ_9 et τ_3 [19].

Des études récentes sur les précipités dans les alliages commerciaux d'Aluminium, à l'aide des techniques MET / MEST , EDAX, et la microscopie électronique à haute résolution, ont révélé une grande variété de structures cristallines de précipité, de paramètres de maille et compositions [90, 53, 52] qui ne peuvent être regroupés (Tableau 3 à l'annexe). Dans cette évaluation, ces phases sont considérées comme étant métastables. En l'absence de données cristallographiques détaillées, une classification de ces phases métastables sur la base du système cristallin a été proposée (Tableau 2 à l'annexe). Nagy et Turmezey [91, 89] ont trouvé que les compositions des phases intermédiaires et les transformations de phase qui se produisent pendant un recuit à haute température dépendent du rapport Fe / Si de l'alliage. On a rapporté [92] trois différents types de formation de précipités, dans les alliages diluées de Al-Fe-Si, ce qui est rapporté comme une fonction du rapport Fe / Si, la pureté de l'alliage, le taux de solidification et le traitement thermique. Ces facteurs expliquent probablement

l'apparition de tant de phases ternaires telles que rapportées par différents auteurs. Les principes régissant le remplacement de Al par Si dans les phases intermédiaires ternaires ont été décrites par Tibballs [93].

Pratiquement toutes les phases métastables ont un domaine de chevauchement de composition entre 25 à 35% en masse de Fe et de 0 à 11% en masse de Si. En plus des phases cristallines métastables, la formation de phases amorphes dans un certain nombre d'alliages Al-Fe-Si a également été étudiée [94, 95, 96].

I.5. Thermodynamique

Les propriétés thermodynamiques des alliages ternaires ont été étudiés pas mal de fois par la mesure de la chaleur de formation des alliages solides [97, 98], les mesures d'activité dans les alliages liquides [99, 100, 101], et la chaleur de formation standard d'intermétalliques ternaires [79, 102]. Les énergies d’ordre chimiques dans le système ternaire ont été décrites par Fukaya et Kozakai [103, 104]. En outre, la modélisation thermodynamique du système ternaire a été également réalisée par le calcul (CALPHAD) [20, 22], où les énergies de Gibbs des phases pertinentes sont décrites par des fonctions analytiques simples. Bedon [99] a déterminé les coefficients d'activité à plusieurs rapports de fraction molaire constants (x_{Si}/x_{Fe}) à 1627 ° C. Les activités d’aluminium dans la plage de température allant de 800 à 1100 ° C ont été déteminées par Nagai [105], et à 900 ° C par Perkins [100]. Sudavsova [106] a rapporté l’activité de l’aluminium dans un allaiage Fe-1%Al-1%Si (en masse) à 1485 et 1546 ° C. D'autres expériences ont été réalisées par Berecz et Bonnet [107, 101]. Ces derniers auteurs ont mesuré le potentiel chimique de l'aluminium dans les alliages contenant jusqu'à 11,8 at% Fer et 23,7at% du Silicium par la méthode de concentration des cellules dans la plage de température allant de 577 à 1027 ° C. Les activités d'aliminium montrent un écart négatif de comportement idéal. D’autres résultats [107] montrent également une tendance similaire.La chaleur de mélange d'alliages solides a été mesurée en versant un liquide d’alliage Al-Si et Fe liquide dans un calorimètre à eau [97, 98]. Toutefois, l'état d'équilibre dans ces expériences est incertain [22]. La chaleur de formation standard des intermétalliques ternaire, à l’exception de τ_7, a été déterminée par calorimétrie de solution par plusieurs auteurs [79, 102]. Vybornov [79] a utilisé des poudres élémentaires de 99.99% de pureté pour préparer des échantillons monophasés τ_5 et τ_6 par recuit de lingots coulés soit à 550 ° C (τ_5) ou à 600 ° C (τ_6) pendant 1 mois. Il a utilisé un bain d'aluminium à 1070 ° C pour la calorimétrie de solution.

Li et al [108, 102] ont utilisé des lingots (99.99%Al, 99.999%Fe et 99.999%Si) préparés par une fusion de lévitation suivie d'un recuit, dont les conditions ont été modifiées pour obtenir des alliages monophasés de τ_5, τ_{10}, τ_1 et τ_9 [108], et τ_6, τ_2, τ_3, τ_8 et τ_4 [102]. Contrairement à Vybornov [79], Li a utilisé un bain d'aluminium à une température inférieure de 800 ° C pour une solution calorimétrique. Il existe des différences entre les résultats de Vybornov [79] et Li [108, 102]. Par exemple, Vybornov [79] a rapporté que la chaleur de formation standard τ_5 ($Fe_{19.2}Al_{71.2}Si_{9.6}$) et τ_6 ($Fe_{15.4}Al_{69.2}Si_{15.4}$) sont –34.3±2 et –24.5±2 kJ/atom respectivement. Les valeurs correspondantes signalées par Li et al sont -24,44 ± 1,39 kJ / mol pour τ_5 à $Fe_{18}A_{l72}Si_{10}$ [108] et -20,209 ± 0,926 kJ / mol pour τ_6 à $Fe_{15}Al_{70}Si_{15}$ [102].

Même si les compositions τ_5 et τ_6 des deux auteurs [79] et [108, 102] ne sont pas identiques, de grande différence de chaleur de formation est imprévue. Apparemment, Li [108, 102] ignorait les résultats de Vybornov [79], et ils n'ont pas discuté cette divergence. Néanmoins, il est difficile de savoir si une température plus élevée de bain (induisant une oxydation) et des matériaux de départ relativement impurs ont contribué à une chaleur de formation plus négative.

Anglezio [20] a déterminé l'enthalpie de fusion des $FeAl_3Si_2$ (τ_4) et $Fe_5A_{l8}Si_7$ (τ_7). Crussard [109] a rapporté la solubilité calculée de l'isotherme de Fe et Si dans le solide (Al). Ils ont suggéré la formation d'un composé ternaire Fe_2Al_7Si qui est proche de la phase τ_5 à faible teneur en Silicium, d'autre part leur calcul semble suggérer la phase ternaire $FeAl_5Si$ qui est proche de la phase τ_6 [12]. Le calcul de la surface de liquidus d'une approche purement thermodynamique [49] semble produire de bons résultats à proximité des bords binaires. Cependant, leur approche ne peut ni prédire la composition de la phase de précipitation, ni calculer les courbes de solidus.

Anglezio [20] a calculé deux sections verticales correspondant à x_{Al}/x_{Si}=3/1 et à x_{Si}=0.85 en utilsant la technique CALPHAD. Deux sections partielles isothermes à 600 et 900 ° C ont été calculées [61], ainsi qu'une section verticale à x_{Si}=0.78 par la même technique. Ils n'ont tenu en compte que les deux phases ternaires: $FeAl_3Si_2$ (τ_4) et $Fe_2Al_9Si_2$ (τ_6). [103, 104] ont effectué Une analyse théorique de la séparation de phase impliquant αFe, τ_2 et τ_1 a été effectué [103, 104]. L'énergie libre des alliages ternaires est évaluée statistiquement en utilisant une interaction par paire au deuxième plus proche voisin. Les deux interactions

chimiques et magnétiques à base de modèle de Bragg-Williams-Gorsky ont été utilisées, en outre, les diagrammes de phase calculée sont jugés cohérents avec ceux expérimentaux.

Kolby et Liu [21, 22] ont éffectué des évaluations thermodynamiques détaillées du système ternaire par la méthode CALPHAD. Selon notre classification, Kolby [21] a tenu en compte six phases ternaires τ_1, τ_2, τ_3, τ_4, τ_5 et τ_6, alors que Liu [22] a tenu en compte sept phases ternaires: τ_1, τ_2, τ_3, τ_4, τ_5, τ_6, et τ_7, appelé τ_1, γ, τ_{23}, δ, α, β, τ respectivement. Liu [22] assumait que τ_2 et τ_3 ont une teneur en fer très semblable, et allait loin en ayant supposé qu'elles sont la même phase avec une petite gamme d'homogénéité. Ce point de vue a également été accepté par Raghavan [5]. Cependant, comme le résume le tableau 1 de l'annexe, τ_2 et τ_3 ont différentes structures cristallines. Kolby et al a calculé la surface de liquidus, des sections isothermes à 600 et 1000 ° C, et des coupes verticales à 1,3, 2, 5, 10% de Fe et 2% de Si (en masse).

I.6. Propriétés et applications

Le comportement ferromagnétique des alliages Fe_3Al-Fe_3Si a été signalé [110, 111, 40]. On a rapporté que l'occupation des sites ordonnées par les trois atomes de Al, Fe et Si, est accompagnée d'un minimum de résistivité électrique dans les composées $Fe_{75}Al_{18}Si_7$ et Fe_6 (Al, Si) [112, 113, 114]. Szymanski [62] constate que l'aluminium dissous dans $FeSi_2$(r) augmente sa susceptibilité magnétique, et FeSi et $FeSi_2$(r) montrent un paramagnétisme Van Vleck même à très basse température (jusqu'au 4,2 K). Friemelt et Ditusa [115, 63] ont étudié la transition métal-isolant dans le FeSi dopé en aluminium. Ditusa [63] a déduit le paramètre de réseau, l'effet thermoélectrique, effet Hall, la conductivité électrique, la susceptibilité magnétique, la chaleur spécifique et magnétorésistance dans les alliages $FeSi_{1-x}Al_x$, avec $0 \leq x \leq 0,08$. Toutes ces propriétés confirment une transition métal-isolant de FeSi, qui est par ailleurs un isolant Kondo. Ohta [116] a signalé que le dopage de $FeSi_2$(r) avec 3at% d'aluminium améliore ces propriétés thermoélectriques. Les propriétés magnétiques des alliages ternaires ont été examinées en détail par Takahashi et Dorofeyeva [117, 30]. La déformation plastique du monocristal d'alliage $Al_{20}Fe_{75}Si_5$ en fonction de la température a été étudiée en détail [118]. La contrainte critique de cisaillement résolu présente un comportement non monotone avec un maximum autour de 530 ° C. Le comportement non monotone a été corrélé avec la mobilité de dislocation dépendant de la température plutôt que d'une diminution de paramètre d'ordre à longue distance $D0_3$. Cho [119, 120] a étudié les propriétés microstructurales telles que la dureté et la traction de Al-5Fe-16Si (% en masse),

traitée par la métallurgie des poudres jusqu'à 520 ° C. Jennings [121] a démontré une relation entre le schéma constitutionnel et la susceptibilité à la fissuration des alliages Al-Fe-Si. Un facteur clé pour déterminer le comportement à la corrosion des alliages riches en aluminium, les alliages à faible rapport Fe/Si des celles ternaires présentent une meilleure résistance à la corrosion dans l'environnement industriel et maritime [122].

I.7. Matériax Sendust

Il y a eu une demande croissante pour le développement de matériaux magnétiques pour applications à haute fréquence. En général, ces matériaux comprennent le fer de haute pureté, des alliages de à base de fer constitués de quelques composants: binaire (Fe-X), ternaire (Fe-X-Y) ou des systèmes de composants plus élevés, à savoir le fer-silicium-aluminium, le fer-cobalt, le fer-nickel alliages, etc. l'une des méthodes les plus largement utilisés pour la fabrication de tels alliages est l’activation mécanique qui conduit à la formation de solutions solides avec les propriétés magnétiques varient linéairement avec le pourcentage en masse des composants.

En variant les composants de l'alliage, on peut obtenir des propriétés différentes, à savoir, les alliages Fe-Co donnent une aimantation de saturation plus élevée ainsi qu’une température de Curie élevée; alliages ferrosilicium possèdent aussi une résistivité plus élevée et une basse anisotropie magnétique, tandis que les alliages Fe-Ni ont une extrême faible force coercitive, une perméabilité et une aimantation à saturation très élevées. Le contenu de l'élément particulier dans l'alliage entraîne également diverses propriétés [123, 124, 125]. Les alliages Fe-Si-Al de composition autour de 85% Fe, 10%Si, 5%Al en masse, connu sous le nom Sendust, ont été tout d'abord développés à l'université de Tohoku à Sendai au Japon en 1936 [126] ; nommés par ses développeurs pour refléter la fait que sendust est un matériau fragile sous forme de poudre ou de poussière, (Sen dust ; poussière de Sendai)

L'introduction du silicium conduit à l'augmentation de la résistivité électrique; réduit les pertes par courants de Foucault et la coercivité de l'alliage. Les alliages fer-nickel contenant 40-90% de Ni, Fe et jusqu'à quelques pourcent de Cu, Mo, Cr, Mn ou soi-disant permalloys ont attiré l'attention des chercheurs du point de vue de leurs propriétés magnétiques. Par conséquent, il y a un intérêt considérable dans l'exploitation des poudres Sendust et permalloy pour fabriquer des matériaux composites magnétiques pour des applications à haute fréquence [127, 128, 129, 130]. Afin de supprimer l'effet des courants de Foucault, plusieurs efforts ont été entamés pour optimiser quelques paramètres [131]

Ainsi, Sendust est une poudre métallique magnétique inventée par Hakaru Masumoto à l'université du Tohoku de Sendai au Japon vers 1936 comme alternative au permalloy dans les applications de bobines pour réseaux téléphoniques, la poudre est frittée dans des noyaux pour la fabrication des bobines. Les noyaux de sendust ont une perméabilité magnétique élevée (jusqu'à 140 000), de faibles pertes, une faible coercitivité (5A/m), une bonne stabilité à la température et une densité de flux de saturation jusqu'à 1T.
En raison de sa composition chimique et de sa structure cristallographique, sendust montre simultanément une magnétostriction inexistante ainsi qu'une constante K anisotropie magnéto cristalline nulle. Sendust est plus dure que le permalloy, et est donc utile dans des applications telles que l'usure par abrasion magnétique des têtes d'enregistrement.

I.7.1. Propriétés magnétiques

Les propriétés magnétiques et électriques des alliages Fe-Si-Al riches en fer ont été étudiés en certains détails, principalement au Japon [132], dans une tentative de découvrir des substituts appropriés pour les alliages riches en Nickel (permalloys). En particulier, l'alliage magnétique Sendust, contenant 8-11% Si, 4.5-8% Al présente des perméabilités maximales et de faible résistivité, magnétostriction et anisotropie cristalline nulles à une composition près de 9,6% de Si, 5,5% Al.

Des mesures électriques et magnétiques effectuées par Yamamoto [132] ont permis de conclure qu'un super-réseau de type Fe_3Al est formé dans le Sendust refroidi lentement à partir 900°C et que le désordre est retenu par trempe d'environ 600 ° C. Plus tard une étude de Ogawa et par DRX [133] a confirmé qu'un super-réseau $F_3(Si,Al)$ existe à température ambiante pour des alliages lentement refroidi Fe-Si-Al sur une gamme de compositions. Cependant, jusqu'à présent aucune étude par DRX ne semble avoir été rapporté autre que les alliages lentement refroidis.

Une étude limitée a été entreprise pour déterminer la température de transition pour la transformation ordre-désordre dans le Sendust [134]. Le matériau utilisé est un alliage de composition 9,7% Si, 5,5% Al en poids, ce qui correspond à une composition atomique à 15,4%Si, 9,4%Al et 75,2% de fer. L'alliage coulé a été broyé en poudre et ensuite homogénéisé par chauffage pendant 3 heures à l000°C, après un certain nombre d'échantillons ont été enfermés dans des tubes de silice évacués et soumis à différents traitements thermiques suivants pour examen ultérieur par DRX (raie de Fer non filtrée)

Un super-réseau de type Fe_3Al existe dans Sendust [135] après une grande variété de traitements thermiques, même y compris trempe rapide à partir d'une température proche du

point de fusion (environ 1400 ° C). La structure ordonnée est également maintenue au moins jusqu'à 900°C. Il apparaît donc que ce soit la température critique pour la transformation ordre-désordre est très proche ou au-dessus du point de fusion, comme dans Cu_2Sb ou que la transformation ne peut pas être supprimée par une trempe.

Les composés binaires Fe-Al et Fe-Si ont été largement étudiés en raison des propriétés magnétiques intéressantes du point de vue fondamental et appliqué [124, 136]. Le faible coût de fabrication, une faible densité ou une faible corrosion à haute température et de bonnes résistances à l'usure les rendent attractifs pour nombreuses applications technologiques. De nos jours, de nombreux travaux sont encore en développement, en particulier sur la corrélation entre la microstructure et la réponse magnétique de ces alliages obtenus dans l'état nanostructuré [137, 138]. En particulier, les alliages Fe-Al riche en Fer présentant 80% d'atome en fer montre une structure cristalline de type A2 désordonné [139] et un comportement ferromagnétique jusqu'à environ 950K [140, 141].

Les alliages magnétiques mous Fe-Si-Al ont attiré beaucoup d'attention en raison de leur haute perméabilité et résistivité électrique, une faible anisotropie magnétocristalline et magnétostriction presque nulle [142, 143, 144]. Les alliages Fe-Si-Al peuvent présenter à la fois une structure cubique (bcc) désordonnée centrée sur le corps α-Fe (Si, Al) et un super réseau ordonné $D0_3$. Les propriétés magnétiques des alliages Fe-Si-Al peuvent être améliorées par la présence du super réseau D03 [145]. En outre, les matériaux de Fe-Si-Al montrent également une amélioration des propriétés magnétiques douces lorsque leurs tailles de cristallites sont inférieures à la longueur d'échange ferromagnétique, qui est typiquement de 35 nm [146].

Par conséquent, les alliages nanocristallines de Fe-Si-Al avec super réseau $D0_3$ doivent présenter des propriétés magnétiques douces satisfaisantes. Les composites magnétiques en flocons nanocristallines de Fe-Si-Al incorporés dans le polymère ont été utilisés comme conducteurs antiparasite à haute fréquence [147]. La solidification rapide directement à partir de la masse fondue a été utilisée pour fabriquer des matériaux à base de Fe-Si à grains presque à l'échelle nanométrique, qui possèdent de meilleures propriétés magnétiques que celles des matériaux préparés de manière classique [148, 149].

et λ_{100} et λ_{111} pour les alliages Sendust ont été déterminées à 300 K dans la zone de composition 7.5-11.0% Si et 4.0-7.0% Al en masse [142]. La ligne de $K_1 = 0$ dans le système d'alliage Fe-Si-A1 a été trouvé se situer autour de 7.0-9.5%Si et 5,5% Al en masse ; et 9,5%Si et 5,5 -7,0% Al en masse.

La ligne λ_s = 0 a également été déterminée en fonction du teneur en Fe, Si et Al [150], sur laquelle se trouve Kool Mµ, l'une des fameuse composition utilisée dans les poudres Sendust utilisées dans les noyaux des transformateurs comme le montre la figure 12.

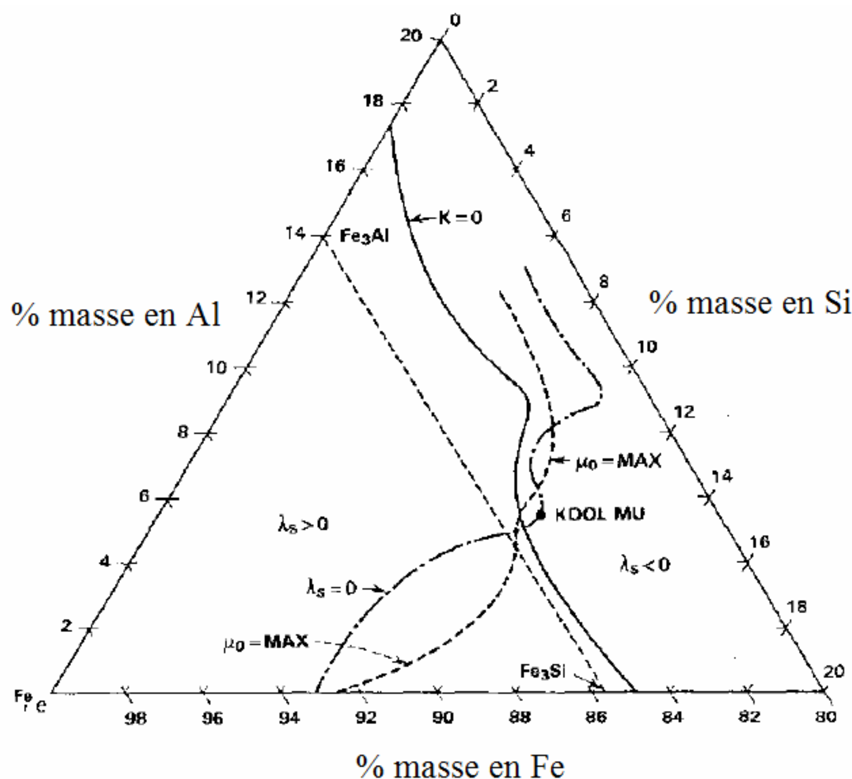


Figure 12. Diagramme de phase Fe-Si-Al montrant la ligne λs = 0 [150]

Les deux lignes de K_1=0 et λ_s = 0 se coupent à la composition de 9,6% Si et 5,5% Al en poids. Cette composition d'alliage est proche de ceux des alliages de hautes perméabilités initiales et maximales. Il a été constaté que la ligne de K_1 = 0 déterminée par Takahashi et al [142] est différente de celle de Zaimovsky et Selissky tandis que la ligne de λ_s =0 est similaire à leurs résultats.

Cette propriété justifie l'une des anomalies que connaît ce matériau, celle de l'augmentation dramatique par 25 fois de la perméabilité à H=8A/m lorsque la température atteint 100°C, ce qui se produit en dessous d'un champ H=80A/m dans un cas pareil [151]

I.7.2. Propriétés mécaniques

Des mélanges Sendust (Fe-9.56% Si-5.47% Al en masse) ont été isostatiquement pressés à chaud. Les propriétés mécaniques des corps frittés avec diverses porosités ont été examinées à la température ambiante. On a trouvé que la dureté Vickers diminue linéairement avec l'augmentation de la porosité. La dépendance de la porosité de flexion et de résistance à

la compression est exprimée par l'équation $\sigma=\sigma_0 exp(-np)$; σ0=540 MPa pour le premier et σ_0=2800 MPa pour le dernier sont déterminées, respectivement, alors que la valeur est la même pour n = 0,22 qui a été estimée à partir des données dureté – porosité. Le module de Young est de 300 GPa pour des corps frittés ayant une densité quasi- théorique.

Un mélange sendust avec la composition chimique standard de Fe-Si9.6wt%-Al5.4wt% est un excellent matériau magnétique [152]. La grande majorité des travaux sur ces matériaux ont traité l'amélioration des propriétés magnétiques [153]. L'importance des propriétés mécaniques a commencé à susciter les chercheurs à l'utiliser comme matériau dispositif. Ils sont intéressés beaucoup plus par la densification des massifs ainsi que dans d'autres matériaux magnétiques. En tant qu'un matériau ayant une structure D03 [154] à la température ambiante, il a une dureté élevée et et donc facilement cassant, ce qui le rend difficile de fabriquer à densité élevée.

Trois méthodes ont été tentées pour obtenir des matériaux à haute densité: la coulée à chaud sous pression, pressage à chaud sous vide, et extrusion à chaud. Senno et al. [155] a développé une presse à chaud pour éliminer les pores résiduels du lingot. La solution appropriée de la composition Sendust a été pressée à chaud uniaxialement et rapidement pendant la coulée. Les propriétés magnétiques et mécaniques étaient mieux que celle obtenues pressage à chaud. Cependant, une densificationt complètes n'a pas été achevé. Isonishi et Tokizane [156] ont étudié le pressage à chaud et montré que des comportements de déformation à haute température ont lieu à environ 1173K où la transformation D03 $\leftrightarrow\alpha$ (ordre-désordre) a eu lieu. Yanagitani et al. [157, 158] a étudié l'extrusion à chaud des poudres et a indiqué que la température optimale pour l'obtention de la densification était de 1513K.

La texture est composée de fines particules presque sans pores. La résistance à la flexion Montré la valeur de = 500 MPa; elle est deux fois plus grande que la valeur rapportée pour celle obtenues par la coulée de lingot standard ; ainsi il y a eu peu d'études sur les propriétés mécaniques de sendust avec des corps métalliques de haute densité. Le pressage isostatique à chaud (HIP) est un procédé de fabrication de corps frittés par application de hautes pressions à des températures élevées. Ce processus de HIP peut facilement densifier les poudres à basse température mieux que la méthode conventionnelle.

Imaida et al ont montré une dépendance de quelques grandeurs mécanique de la porosité dans des mélanges sendust. La Figure 13 montre la dépendance de HV à la porosité. Elle diminue linéairement avec l'augmentation de la porosité. Yamamoto et Utsushikawa

[159] ont montré que la dureté Vickers HV converti de la dureté Rockwell pour le dense lingot fabriqué par le procédé de coulée était de 503. La valeur actuelle (HV= 450), même dans les corps frittes avec une densité presque théorique, était inférieure à celle rapportée. L'écart pourrait être expliqué par la différence de la méthode de mesure.

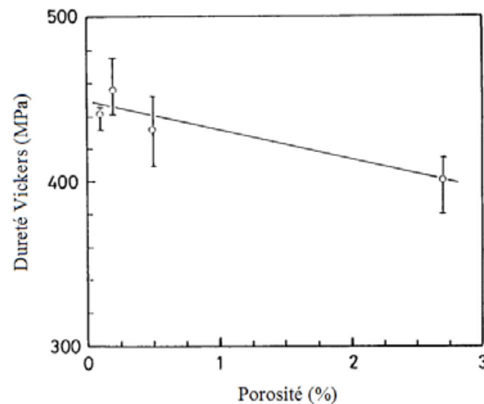


Figure 13 : Variation de HV en fonction de la porosité [152]

Les résistances à la flexion et à la compression sont montrées à la Figure 14. Bien que de nombreuses équations [160, 161] ont été appliquées pour analyser les données résistance-porosité, l'étude menée par Imaida et al [152] a permis de décrire le comportement des résistances à la flexion et la compression par l'équation de $\sigma=\sigma_0 exp(-np)$ [162] où σ est la résistance du corps poreux, σ_0 la résistance du corps non poreux de la même matière, p la porosité exprimée en fraction, et n la pente de la courbe $ln\sigma$ par rapport à p. D'après l'explication de Knudsen [161] Lorsque les particules sont de formes sphèriques et les résistances à la copression ou à la flexion des grains sont proportionnelles à la surface de contact entre les particules, les données correspondent à la formule jusqu'à 10% de porosité.

On a rapportés [152] des valeurs de σ_0= 540MPa pour la flexion et σ_0= 2800MPa pour la compression, ces valeurs ont été déterminées par la méthode des moindres carré (n = 0,22).

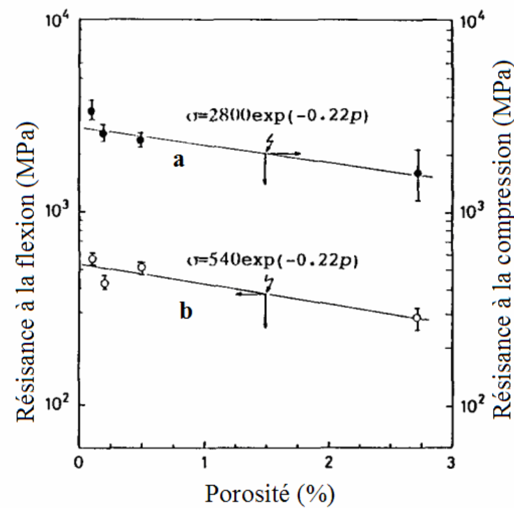


Figure 14 : Dépendance des résistances en fonction de la porosité [152]

Le module de Young E_{3b}, calculé à partir de résistance à la flexion diminue avec l'augmentation de la porosité [152] (Fig. 5). La valeur la plus élevée de 300 GPa a été obtenue pour une porosité de 0,1%. Elle est beaucoup plus élevée que celle de 200 GPa rapportée précédemment [163].

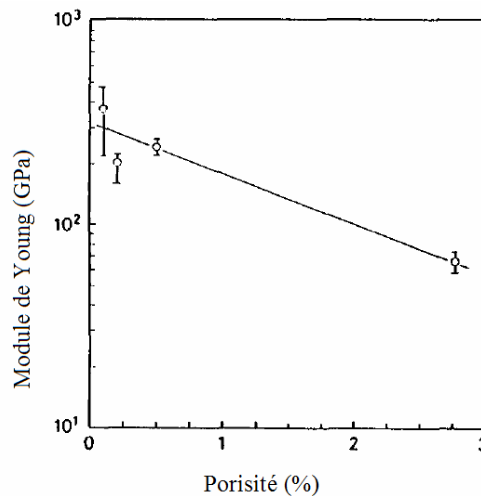


Figure 15 : Variation du module de Young en fonction de la porosité

I.7.3. Poudre commerciale Kool Mμ

Au fur et à mesure que les fréquences de fonctionnement des alimentations de commutation augmentent, les composants de circuit tels que les inducteurs de puissance sont affectés par des pertes croissantes de noyau, provoquant une accumulation de chaleur. Les noyaux de poudre de fer sont très économiques et donc idéaux dans les applications de basse fréquence, mais à des fréquences plus élevées, ils peuvent présenter une élévation de

température excessive. Les noyaux KOOL MU ont été développés pour minimiser les pertes de noyau et la production de chaleur aux fréquences élevées. KOOL MU a évolué en prenant un matériau magnétique plus ancien, Sendust, et affiner sa technologie de processus afin de réduire sensiblement les pertes de noyau.

Ce qui aiderait les ingénieurs à choisir les matériaux appropriés pour les inductances de puissance dans les équipements de conversion de puissance haute fréquence. KOOL MU est l'un des nombreux composants magnétiques connus sous le nom de noyaux de poudre. Les noyaux de poudre ont leur origine dans les premières années de l'électronique. La poudre de fer a été utilisée dans les premières radios dans les années 1920; Les matériaux Sendust et Molypermalloy (80% Ni-Fe) ont été développés dans les années 1930; Les noyaux à haut flux (High Flux 50% Ni-Fe) ont été développés dans les années 1970.

Les noyaux de poudre sont fabriqués en broyant l'alliage de base en fines particules de poudre, puis en revêtant ces particules avec un matériau isolant (qui contrôle la taille de l'entrefer). Les poudres sont ensuite pressées sous diverses formes de noyau sous haute pression.

KOOL MU présente un diagramme de phase représenté sur la figure. Le matériau de base est approximativement 85% de fer, 6% d'aluminium et 9% de silicium en masse. Les procédés exclusifs de traitement de la poudre et l'utilisation d'un système d'isolation breveté donnent des noyaux avec des pertes de coeur inférieures à celles des types Sendust originales, et beaucoup plus faibles que les pertes de coeur des noyaux de poudre de fer.

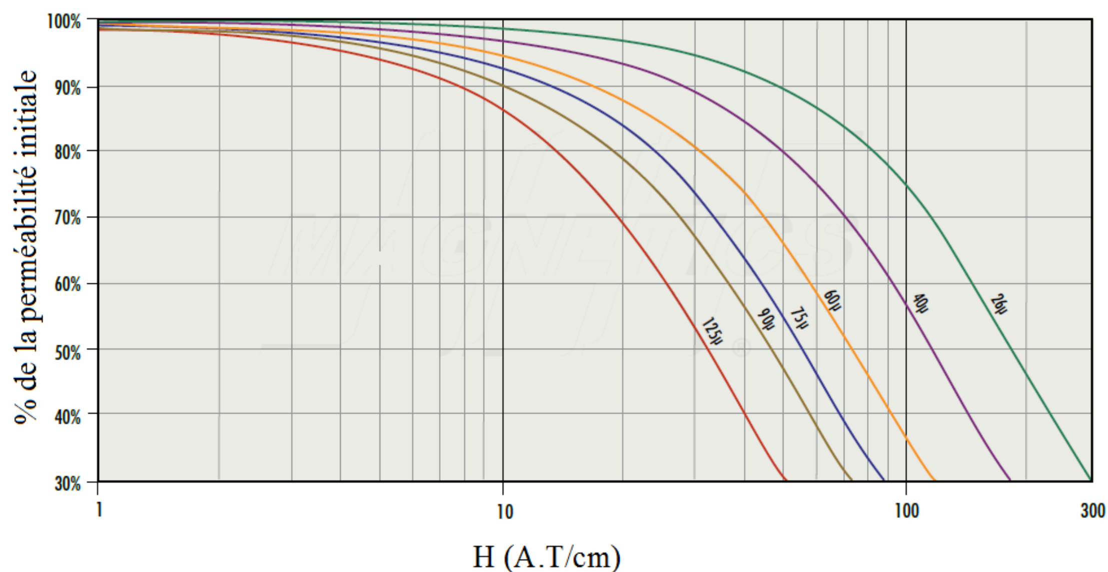


Figure 16 : Perméabilité par rapport aux courbes de polarisation DC (les tores Kool Mµ)

Un paramètre magnétique important des noyaux KOOL MU est la polarisation en courant continu. Les courbes de la figure 18 montrent la réduction de la perméabilité en fonction du biais de courant continu pour les cinq perméabilités de KOOL MU. Elles illustrent la capacité de ces noyaux pour les bobines d'oscillation. Dans les régulateurs de commutation et certaines alimentations, un amortisseur peut améliorer la régulation et l'efficacité du circuit car le noyau fournit une inductance élevée lorsque le courant continu approche du zéro.

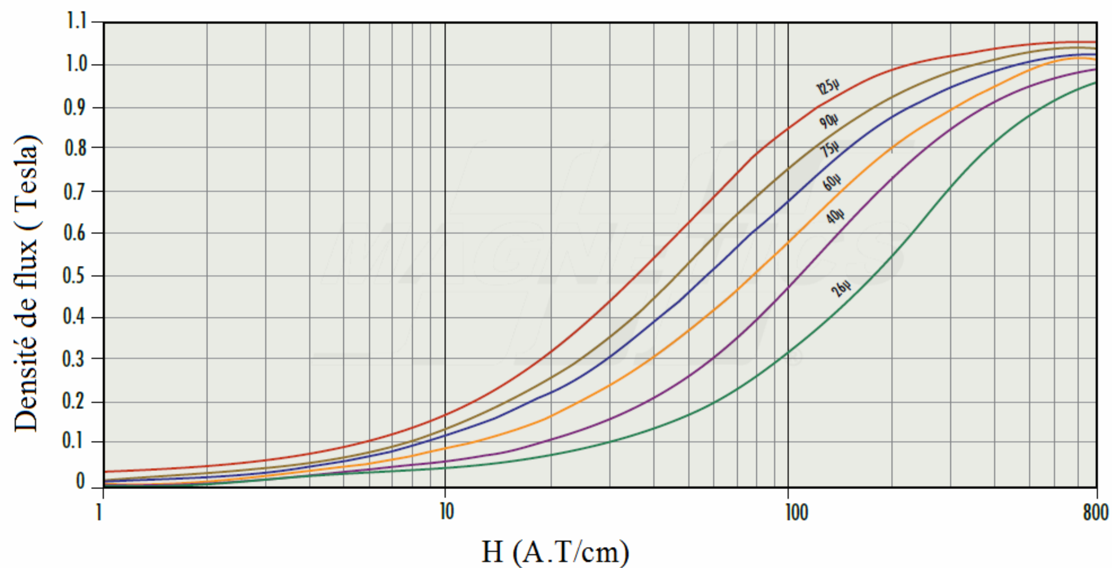


Figure 17 : Courbes de magnétisation

Une autre caractéristique de KOOL MU apparaît à la figure 19 où on montre la variation de perméabilité de KOOL MU sur une plage de température étendue. Ce matériau est unique en ce que la perméabilité diminue à mesure que la température augmente au-dessus de la température ambiante. Bien que la température ambiante de KOOL MU soit de 500 ° C, le revêtement de cœur fourni en industrie (selon la compagnie MAGNETICS) est garanti seulement à 200 ° C, et le fonctionnement au-dessus de cette température n'est pas recommandé.

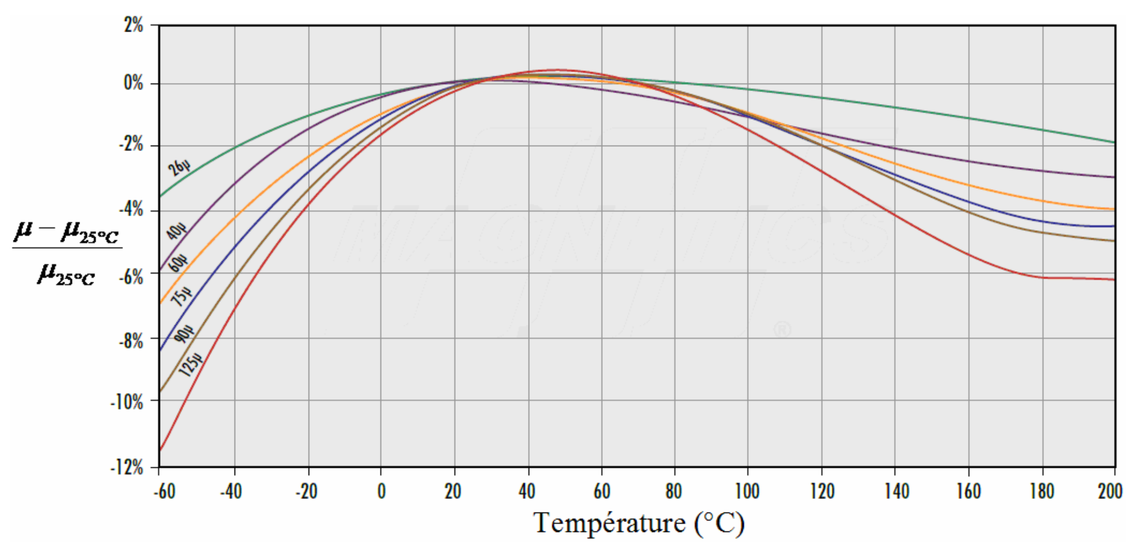


Figure 18 : Changement relatif de la perméabilité autour de 25°C

Références

[1] Fuess, V., “Aluminium-Iron-Silicon” (en allemand), in “Metallography of Aluminium and its Alloys”, Berlin, 109-117 (1934) (Equi. Diagram, Experimental, 6)

[2] Sergeev, L.N., Rimmer, B.I, “Constitution of the System Aluminium-Iron-Silicon” (en russe), Metallurgia, (9/10), 112-125 (1937) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Review)

[3] Mondolfo, L.F., chapitre “Aluminum-Iron-Silicon”, dans “Metallography of Aluminum Alloys”, John Wiley & Sons, Inc., New York, 95-97 (1943) (Equi. Diagram, Review, #, 27)

[4] Raghavan, V., “The Al-Fe-Si System”, J. Phase Equilib., 15(4), 414-416 (1994) (Equi. Diagram, Review, 27)

[5] Raghavan, V., “Al-Fe-Si (Aluminium-Iron-Silicon)”, J. Phase Equilib., 25(4), 107-112 (2002) (Equi. Diagram, Review, 24)

[6] Dix Jr., E.H., “Observations on the Occurrence of Iron- and Silicon in Aluminium”, Trans.AIME, 69, 957-971 (1923) (Experimental, 12)

[7] Hanson, D., Gayler, M.L.V., “The Heat-treatment and Mechanical Properties of Alloys of Aluminium with Small Percentages of Copper”, J. Inst. Met., 29, 491-506 (1923) (Experimental, 1)

[8] Ransley, C.E., “Determination of Phase Boundaries in Solid Alloy Systems by a Diffusion Technique”, Nature, 167, 814 (1951) (Experimental, 1)

[9] Gwyer, A.G.C., Phillips, H.W.L., “The Ternary System: Aluminium-Silicon-Iron” in „The Constitution of Alloys with Silicon and Iron“, J. Inst. Met., 38, 44-83 (1927) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 9)

[10] Stefaniay, V., Griger, A., Turmezey, T., “Intermetallic Phases in the Aluminum-Side Corner of the AlFeSi-Alloy System”, J. Mater. Sci., 22, 539-546 (1987) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, #, *, 13)

[11] Takeda, H.P., Mutuzaki, K., “The Equilibrium Diagram of the Iron-Aluminium-Silicon System” (en japonais), Tetsu to Hagane, 26, 335-361 (1940) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 27)

[12] Rivlin, V.G., Raynor, G.V., “Phase Equilibria in Iron Ternary Alloys 4: Critical Evaluation of Constitution of Aluminium-Iron-Silicon System”, Int. Met. Rev., 26, 133-152 (1981) (Equi. Diagram, Review, #, *, 56)

[13] Lihl, F., Burger, R., Sturm, F., Ebel, H., "Constitution of Fe-rich Ternary Al-Fe-Si Alloys", Arch. Eisenhuettenwes., 39, 877-880 (1968) (Equi. Diagram, Experimental, *, 22)

[14] Miyazaki, T., Tsuzuki, T., Kozakai, T., Fujimoto, Y., "Phase Separation of Fe-Si-Al Ordering Alloys" (en japonais), Nippon Kinzoku Gakkai-Si, 46, 1111-1119 (1982) (Crys. Structure, Experimental, 37)

[15] Miyazaki, T., Kozaki, T., Tsuzuki, T., "Phase Decomposition of Fe-Si-Al Ordered Alloys", J. Mater. Sci., 21, 2557-2564 (1986) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 26)

[16] Griger, A., Lendrai, A., Stefaniay, V., Turmezey, T., "On the Phase Diagrams of the Al-Fe and Al-Fe-Si Systems", Mater. Sci. Forum, 13/14, 331-336 (1987) (Equi. Diagram, Experimental, 9)

[17] Prince, A. "Comment on Intermetallic Phases in the Al-side of the AlFeSi-Alloy System", J. Mater. Sci. Lett., 6, 1364 (1987) (Equi. Diagram, Theory, #, 1)

[18] Zarechnyuk, O.S., German, N.V., Yanson, T.I., Rykhal, R.M., Murav'eva, A.A., "Some Phase Diagrams of Aluminium with Transition Metals, Rare Earth Metals and Silicon" (en russe), in "Fazovje Ravnovesija v Metallicheskych Splavach", Nauka, Moscow, 69-71 (1981) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, #, *, 5)

[19] Krendelsberger N., "Constitution of the Systems Aluminium-Manganese-Silicon, Aluminium-Iron-Silicon, und Aluminium-Iron-Manganese-Silicon", Tezisy Inst. Phys. Chem. Univ., Vienna, 2001 (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, #, *, 83)

[20] Anglezio, J.C., Servant, C., Ansara, I., "Contribution to the Experimental and Thermodynamic Assessment of the Al-Ca-Fe-Si System - I. Al-Ca-Fe, Al-Ca-Si, Al-Fe-Si and Ca-Fe-Si Systems", Calphad, 18(3), 273-309 (1994) (Calculation, Equi. Diagram, Thermodyn., 71)

[21] Kolby, P., "System Al-Fe-Si", in "COST 507, Thermochemical Database for Light Metal Alloys", Vol. 2, Ansara, I., Dinsdale, A.T., Rand, M.H. (Eds), Office for official publications of the European Communities, Luxembourg, 319-321 (1998) (Assessment, Thermodyn.)

[22] Liu, Z.-K., Chang, A., "Thermodynamic Assessment of the Al-Fe-Si System", Metall. Mater. Trans. A., 30A(7), 1081-1095 (1999) (Calculation, Thermodyn., 56)

[23] Niculescu, V., Raj, K., Burch, T., Budnick, J.J., "Hyperfine Interactions and Structural Disorder of Fe2Si1-xAlx Alloys", J. Phys. F, Met. Phys., 7, L73-76 (1977) (Experimental, 7)

[24] Niculescu, V., Budnick, J.J., "Limits of Solubility, Magnetic Properties and Electron Concentration in $Fe_{3-x}T_xSi$ System", Solid State Commun., 24, 631-634 (1977) (Theory, 17)

[25] Polishchuk, V.E., Selissky, YA.P., "High-Temperature Study of the Structure and Electrical Properties of the Fe-Si-Al System" (en russe), Ukrain. Fiz. Zhur., 14, 1722-1724 (1969) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 9)

[26] Selisski. Ya P. The Lattice Spacing of Solid Solutions of Fe, Si and Al Rich in Fe (in Russian). Zh. Fiz. Khim. 1946; 20, 597-604 .

[27] Sato H. Yamamoto H. The Behaviours of Fe-Al, Fe-Si and Fe-Al-Si Alloys Considered from the Standpoint of Ferromagnetic Supperlattice. Journal of the Physical Society of Japan. 1951; 6, 65-66.

[28] Katsnel´son, A.A., Polishchuk, V.Ye., "Energy Characteristics of Atomic Ordering in Alloys of Iron with Aluminium and Silicon", Phys. Met. Metallogr., 36(2), 86-90 (1972) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 10)

[29] Chang Y.J. An Electron Microscopic Investigation of Order-Disorder Transformation in a Fe-Si-Al (SENDUST) Alloy and its Dislocation Configurations. Acta Metallica. 1982; 30, 1185-1192.

[30] Takahashi M. Magnetic Properties of Iron-Silicon-Aluminium Alloy Single Crystals. (in japanese). Kotai Butsuri. 1986; 21, 259-273.

[31] Matsumura, S., Sonobe, A, Oki, K., Eguchi, T., "Ordering with Phase Separation in an Fe-Al-Si Alloy", in "Phase Transformations in Solids", Proc. Conf. Mater. Res. Soc., Elsevier, Amsterdam, 21, 269-274 (1984) (Crys. Structure, Experimental, 12)

[32] Fortnum, R.T., Mikkola, D.E., "Effects of Molybdenum, Titanium and Silicon Additions on the D03 Reversible B2 Transition-Temperature for Alloys near Fe3Al", Mater. Sci. Eng., 91, 223-231 (1987) (Crys. Structure, Experimental, 37)

[33] Morris D.G. Gunther S. Order-Disorder Changes in Fe_3Al Based Alloys and the Development of an Iron-Base α-α'' Superalloy. Acta materialia. 1996; 44 (7), 2847-2859.

[34] Ghosh G. Al-Fe-Si system. In: Light Metal Ternary Systems: Phase Diagrams, Crystallographic and Thermodynamic Data. Volume 11A2; series Landolt-Börnstein 2005 - Group IV Physical Chemistry; 359-409

[35] Allen, S.M., Cahn, J.W., "Phase Diagram Features Associated with Multicritical Points in Alloy Systems", Bull. Alloy Phase Diagrams, 3(3), 287-295 (1982) (Theory, 25)

[36] Glezer, A.M., Molotilov, B.V., Prokoshin, A.F., Sosnin, V.V., “Structural Features of a SENDUST (Fe-Si-Al) Alloy Obtained by Quenching from the Melt. I. The Study of Atomic Ordering Properties”, Phys. Met. Metallogr., 56(4), 110-117

[37] Garrod, R.I., Hogan, L.M., “The Superlattice in Sendust”, Acta Metall., 2, 887-888 (1954) (Crys. Structure, Experimental, *, 5)

[38] Liu, P., Dunlop, G.L., “Long-range Ordering of Vacancies of BCC α-AlFeSi”, J. Mater. Sci., 23, 1419-1424 (1988) (Crys. Structure, Experimental, 20)

[39] Suwalski, J., Kisynska, K., Piekoszewski, J., “Distribution of Fe Atoms in Ordered Fe1-x(Al,Si)x”, Proc. Int. Conf. Mössbauer Spectroscopy, Barb, D., Tarina, D. (Eds.), Docum. Office, Central Inst. Phys., Bucharest, Romania, 125-126 (1977) (Theory, 2)

[40] Schneeweiss, O., Zemcik, T., Zak, T., Mager, S., “Atomic Structure and Magnetic Properties of the Pseudobinary Alloys Fe3(Al,Si)”, Phys. Status Solidi A, 79A, 125-129 (1983) (Experimental, 10)

[41] Dobrzynski, L., Giebultowicz, T., Kopcewicz, M., Piotrowski, M., Szymanski, K., “Neutron and Mössbauer Studies of Fe3-xAlxSi Alloys”, Phys. Status Solidi A, 101A, 567-575 (1987) (Crys. Structure, Experimental, 24)

[42] Mekhrabov, A.O., Akdeniz, M.V., “Effect of Ternary Alloying Elements Addition on Atomic Ordering Characteristics of Fe-Al Intermetallics”, Acta Mater., 47(7), 2067-2075 (1999) (Calculation, Theory, Thermodyn., 63)

[43] Phillips, H.W.L., Annoted Equilibrium Diagrams of Some Al Alloy Systems, Monograph, Inst. of Met., London, (25), 57-65 (1959) (Equi. Diagram, Review, #, *, 18)

[44] Ghosh, G., “Aluminium-Iron-Silicon”, MSIT Ternary Evaluation Program, in MSIT Workplace, Effenberg, G. (Ed.), MSI, Materials Science International Services GmbH, Stuttgart; Document ID: 10.14596.1.20, (1992) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Assessment, 134)

[45] Yanson, T.I., Manyako, M.B., Bodak, O.I., German, N.V., Zarechnyuk, O.S., Cerny, R., Pacheko, J.V., Yvon, K., “Triclinic Fe3Al2Si3 and Orthorhombic Fe3Al2Si4 with New Structure Types”, Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun., C52, 2964-2967 (1996) (Crys. Structure, Experimental, 15)

[46] Dons, A.L., “AlFeSi-Particles in Commercial Pure Aluminium”, Z. Metallkd., 75, 170-174 (1984) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 10)

[47] Phillips, H.W.L., Varley, P.C., “Constitution of Alloys of Aluminium with Magnesium, Silicon and Iron”, J. Inst. Met., 69, 317-350 (1943) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 11)

[48] Phillips, H.W.L., "The Constitution of Alloys of Aluminium with Magnesium, Silicon and Iron", J. Inst. Met., 72, 151-227 (1946) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 86)

[49] Phillips, H.W.L., "The Application of Some Thermodynamic Principles to the Liquidus Surfaces of Alloys of Aluminium with Magnesium, Silicon and Iron", J. Inst. Met., 72, 229-242 (1946) (Theory, Thermodyn., #, *, 21)

[50] Glezer, A.M., Molotilov, B.V., Polishchuk, V.Ye., Selissky, Ya.P., "X-ray and Electron Microscopic Analysis of the Fine Structure of Ordering High-Fe-Al-Si Alloys", Phys. Met. Metallogr., 32(4), 39-47 (1971) (Experimental, 19)

[51] Simensen, C.J., Vellasamy, R., "Determination of Phases Present in Cast Material of an Al-0.5 wt.% Fe-0.2 wt.% Si Alloy", Z. Metallkd., 68, 428-431 (1977) (Crys. Structure, Experimental, 10)

[52] Westgren, H., "Formation of Intermetallic Compounds During DC Casting of Commercial Purity Al-Fe-Si Alloy", Z. Metallkd., 73, 361-368 (1982) (Crys. Structure, Experimental, 24)

[53] Chandrasekaran, M., Lin, Y.P., Vincent, R., Staniek, G., "The Structure and Stability of Some Intermetallic Phases in Rapidly Solidified Al-Fe", Scr. Metall., 22, 797-802 (1988) (Crys. Structure, Experimental, 9)

[54] Armand, M., " liquidation et diagramme d'équilibre: Applications aux alliages Aluminium-Fer-Silicium" (en français), Congrés International de l'Aluminium, Paris, 1954, Revue de l'Aluminium, 1, 305-327 (1955) (Crys. Structure, Experimental, *, 9)

[55] Sun, C.Y., Mondolfo, L.F., "A Clarification of the Phases Occuring in Al-Rich Al-Fe-Si Alloys", J. Inst. Met., 95, 384 (1967) (Crys. Structure, Experimental, *, 2)

[56] Skjerpe, P., "Intermetallic Phases Formed during DC-Casting of an Al-0.25 wt.% Fe-0.13 wt.% Si Alloy", Metall. Trans. A, 18A, 189-200 (1987) (Crys. Structure, Experimental, 35)

[57] Skjerpe, P., "An Electron Microscopy Study on the Phase Al3Fe", J. Microsc., 148, 33-50 (1987) (Crys. Structure, Experimental, Theory, 12)

[58] Skjerpe, P., Gjonnes, J., "Solidification Structure and Primary Al-Fe-Si Particles in Direct-Chilled-Cast Aluminum Alloys", Ultramicroscopy, 22, 239-250 (1987) (Crys. Structure, Experimental, 21)

[59] Sabirzyanev, A.V., Shumilov, M.A., Gel´d, P.V. Ozhogikhina, G.V., "Solubility of Al in α-Leoboite", Phys. Met. Metallogr., 12(5), 81-87 (1961), translated from Fiz. Met. Metalloved., 12, 714-721 (1961) (Crys. Structure, Experimental, 14)

[60] Sabirzyanev, A.V., Shumilov, M.A., “The Solubility of Al and P in Constituents of High-Si Ferrosilicon” (en russe), Tr. Ural'sk Politekh. Inst., 144, 35-40 (1965) (Experimental, 14)

[61] Gueneau, C., Servant, C., Ansara, I., “Experimental and Thermodynamic Assessments of Substitutions in the AlFeSi, FeMnSi, FeSiZr and AlCaFeSi Systems”, “Appl. Thermodyn. Synth. Procee. Mater.”, Proc. Symp., Nash, P., Sundman, B. (Eds.), The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, Pa, 303-317 (1995) (Expermental, Theory, 19)

[62] Szymanski, K., Baas, J., Dobrzynski, L., Satula, D., “Magnetic and Mössbauer Investigation of $FeSi_{2-x}Al_x$”, Physica B (Amsterdam), 225, 111-120 (1996) (Crys. Structure, Experimental, 20)

[63] Ditusa, J.F., Friemelt, K., Bucher, E., Aeppli, G., Ramirez, A.P., “Heavy Fermion Metal-Kondo Insulator Transition in FeSi1-xAlx”, Phys. Rev. B, B58(16), 10288-10301 (1998) (Crys. Structure, Experimental, 62)

[64] Cowdery, J.S., Kayser, F.X., “Lattice Parameters of Ferromagnetic D03-Structured Iron-Aluminium-Silicon Alloys”, Mater. Res. Bull., 14, 91-99 (1979) (Crys. Structure, Experimental, *, 24)

[65] Burch, T.J., Raj, K., Jena, P., Budnick, J.I., Niculescu, V., Muir, W.B., “Hyperfine-Field Distribution in $Fe_3Si_{1-x}Al_x$ Alloys and a Theoretical Interpretation”, Phys. Rev. B: Solid State, 19B, 2933-2938 (1979) (Experimental, Theory, 17)

[66] Xu, W.-C., Su, X.-J., “An Investigation on the Structure of Fe-Si-Al Alloy” (en chinois), Acta Phys. Sin., 27, 576-582 (1978) (Crys. Structure, Experimental, *, 9)

[67] German, N.V., Zavodnik, V.E., Yanson, T.I., Zarechnyuk, O.S., “Crystal Structure of $FeAl_2Si$”, Sov. Phys. Crystallogr., 34(3), 439-440 (1989) (Crys. Structure, Experimental, 5)

[68] Panday, P.K., Schubert, K., “Structure Studies in Some Alloys T-B3-B4 (T Mn, Fe, Co, Ir, Ni, Pd; B4 = Si, Ge)” (en allemand), J. Less-Common Met., 18, 175-202 (1969) (Crys. Structure, Experimental, *, 32)

[69] Gueneau, C., “$FeAl_3Si_2$”, Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun., C51, 177-179 (1995) (Crys. Structure, Experimental, 9)

[70] Romming, Chr., Hansen, V., Gjonnes, J., “Crystal Structure Of Beta-$Al_{4.5}FeSi$”, Acta Crystallogr., Sect. B: Struct. Crystallogr. Crys. Chem., B50(3), 307-312 (1994) (Crys. Structure, Experimental, 10)

[71] Gueneau, C., Servant, C., "Fe2Al3Si3", Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun., C51, 2461-2464 (1995) (Crys. Structure, Experimental, 8)

[72] German, N.V., Bel`skii, V.K., Yanson, T.I., Zarechnyuk, O.S., "Crystal Structure of the Compound Fe1.7Al4Si", Sov. Phys. Crystallogr., 34(3), 437-438 (1989) (Crys. Structure, Experimental, 5)

[73] Munson, D., "A Clarification of the Phases Occuring in Aluminium-Rich Aluminium-Iron-Silicon Alloys with Particular Reference to the Ternary Phase α-AlFeSi", J. Inst . Met., 95, 217-219 (1967) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, *, 12) (1983), translated from Fiz. Met. Metalloved., 56(4), 750-757 (1983) (Crys. Structure, Experimental, *, 12)

[74] Murav´eve, A.A., German, N.V., Zarechnyuk, O.S., Gladyshevskii, E.I., "Ternary Compounds of the Fe-Al-Si System" (en russe), Proc. 2nd All-Union Conf. on Crys.Chem. Intermet. Compounds, L'vov, October, 35-36 (1974) (Crys. Structure, Experimental,*)

[75] Jaeniche, W., "On the System Aluminium-Iron-Silicon" (en allemand), Alum. Arch., (5), 1-21 (1936) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, #, *, 28)

[76] Phragmen, G., "On the Phase Occurring in Alloys of Aluminium with Copper, Magnesium, Manganese, Iron and Silicon", J. Inst. Met., 77, 489-552 (1950) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 67)

[77] Robson, K., Black, P.J., "An X-ray Examination of an α-(Al-Fe-Si) Ternary Compound", Philos. Mag., 44, 1392-1397 (1953) (Crys. Structure, Experimental, *, 10)

[78] Corby, R.N., Black, P.J., "The Structure of α-AlFeSi by Anomalous Dispersion Method",Acta Crystallogr. B: Struct. Crystallogr. Crys. Chem., 33B, 3468-3475 (1977) (Crys. Structure, Experimental, *, 18)

[79] Vybornov, M., Rogl, P., Sommer, F., "The Thermodynamic Stability and Solid Solution Behavior of the Phases τ_5-$Fe_2Al_{7.4}Si$ and τ_6-$Fe_2Al_9Si_2$", J. Alloys Compd., 247, 154-157 (1997) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, Review, 7)

[80] Cooper, M., "The Crystal Structure of the Ternary Alloys S-AlFeSi", Acta Crystallogr., 23, 1106-1107 (1967) (Crys. Structure, Experimental, *, 5)

[81] Spiegelberg, A.P.W., Danielsson, S.L.A., Astroem, H., "The Crystal Structure of Some Phases Occurring in Alloys of Aluminium, Iron and Silicon and Their Relationship to other Phases", Acta Crystallogr., 7, 634 (1954) (Crys. Structure, Experimental, *, 4)

[82] Obinata, I., Komatsu, N., “On the Phases Occuring in Alloys of Aluminium with Iron and Silicon” (en japonais), Nippon Kinzoku Gakkaishi, 19, 197-201 (1955) (Crys. Structure, Experimental, 30)

[83] Carpenter, G.J.C., Le Page, Y., “Revised Cell Data for the β-FeSiAl Phase in Aluminum Alloys”, Scr. Metall. Mater., 28, 733-736 (1993) (Crys. Structure, Experimental, 6)

[84] Zheng, J.G., Vincent, R., Steeds, J.W., “Crystal Structure of an Orthorhombic Phase in beta-(Al-Fe-Si) Precipitates Determined by Convergent-Beam Electron Diffraction”,Philos. Mag. A, A80(2), 493-500 (2000) (Crys. Structure, Experimental, 11)

[85] Pratt, J.N, Raynor, G.V“Intermetallic Compounds in Ternary Aluminium-rich Alloys Containing Transitional Metals”,Proc. Roy. Soc. A, A205, 103-118(1951)(Theory, 14)

[86] Mora, R., “The Determination of the Al-Fe-Si Phase in Homogenized Aluminium Alloy 6063” (en espagnol), Rev. Metall., 15, 91-95 (1979) (Crys. Structure, Experimental, *, 15)

[87] Iglessis, J., Frantz, C., Gantois, M., “Conditions pour la formation des phases ferriques dans les alliages commerciaux Al-Si” Mem. Sci. Rev. Metall., 74, 237-242 (1977) (Experimental, *, 14)

[88] Suzuki, H., Arai, K., Shiga, M., Nakamura, Y., “Mössbauer Effect of Al-Fe-Si Intermetallic Compounds”, Metall. Trans. A, 16A, 1937-1942 (1985) (Experimental, 22)

[89] Nagy, S., Homonnay, Z., Vertes, A., Murgas, L., “Mössbauer Investigation of Iron in Aluminium. II. Al-Fe-Si Samples”, Acta Metall., 35, 741-746 (1987) (Experimental, 2)

[90] Griger, A., Stefaniay, V., Turmezey, T., “Analysis of Ternary Al-Fe-Si Phases on High Purity Base”, Proc.: 6th Int. Symp. High Purity Mater. Sci. Techn., Supplement, Dresden, GDR, 6-10 May, 187-188 (1985) (Experimental)

[91] Turmezey, T., “AlFe and AlFeSi Intermetallic Phases in Aluminum Alloys”, Mater. Sci. Forum, 13/14, 121-132 (1987) (Crys. Structure, Experimental, 12)

[92] Lui, P., Thorvaldsson, L., Dunlop, G.L., “Formation of Intermetallic Compounds during Solidification of Dilute Al-Fe-Si Alloys”, Mater. Sci. Technol., 2, 1009-1018 (1986) (Crys. Structure, Experimental, *, 26)

[93] Tibballs, J.E., “Al-Si Substitution in Al(FeMn)Si Phases”, Mater. Sci. Forum, (1989) (23)

[94] Dunlap, R.A., Dini, K., “Amorphization of Rapidly Quenched Quasicrystalline Al-Transition Metal Alloys by the Addition of Si”, J. Mater. Res., 1, 415-419 (1986) (Crys. Structure, Experimental, 19)

[95] Bendersky, L.A., Biancaniello, F.S., Schaefer, R.J., "Amorphous Phase Formation in Al70Si17Fe13 Alloys", J. Mater. Res., 2, 427-430 (1987) (Experimental, 21)

[96] Bendersky, L., "Rapidly Solidified Al-Fe-Si Alloys", Mater. Sci. Eng., 98, 213-216 (1988) (Crys. Structure, Experimental, 9)

[97] Koerber, F., Oelsen, W., Lichtenberg, H., "On the Thermochemistry of Alloys. II. Direct Determination of the Heat of Formation of Ternary Alloys of the System Iron-Nickel-Aluminium-Silicon, as well as Certain Alloys of the Copper - Manganese - Aluminium System" (en allemand), Mitt. K.-W.-Inst. Eisenforschung, 19, 131-159 (1937) (Experimental, Thermodyn., 50)

[98] Oelsen, W., "The Heats of Formation of Binary and Ternary Alloys and Their Importance in Metallurgical Reactions" (en allemand), Z. Electrochem., 43, 530-535 (1937) (Experimental, Thermodyn., 15)

[99] Bedon., P., Ansara, I., Desre, P., " Sections Isothermes à 1900 K des systèmes métalliques Ag-Al-Fe-Si et Ag-Al-Ni-Si ; Activitée d'Aluminium dans les alliages fondus Al-Fe-Ag-Si et Al-Ni-Ag " Mem. Sci. Rev. Metall., 66, 907-913 (1969) (Experimental, Thermodyn., 5)

[100] Perkins, J., Desre, P., "Determination par EMF des Activitées dans le système Al-Fe-Si " Rev. Int. Hautes Temp. Refract., 10, 79-84 (1973) (Experimental,Thermodyn., 13)

[101] Bonnet, M., Rogez,J., Castanet, R., "EMF Investigation of Al-Si, Al-Fe-Si and Al-Ni-Si Liquid Alloys", Thermochim. Acta, 155, 39-56 (1989) (Experimental, Thermodyn. 15)

[102] Li, Y., Legendre, B., "Enthalpy of Formation of Al-Fe-Si Alloys II (τ_6, τ_2, τ_3, τ_8, τ_4)", J. Alloys Compd., 302, 187-191 (2000) (Experimental, Thermodyn., 21)

[103] Fukaya, M., Miyazaki, T., Kozakai, T., "Phase Diagrams Calculated for Fe-rich Fe-Si-Co and Fe-Si-Al Ordering Systems", J. Mater. Sci., 26(2), 5420-5426 (1991) (Calculation, Equi. Diagram, 42)

[104] Kozakai, T., Miyazaki, T., "Experimental and Theoretical Investigations on Phase Diagrams of Fe Base Ternary Ordering Alloys", ISIJ Int., 34(5), 373-383 (1994) (Calculation, Equi. Diagram, Magn. Prop., 18)

[105] Nagai, H., Mitani, H., "Activity Measurements of the Ternary Liquid Al-Si-Fe System by the EMF Method", Tran. Jpn. Inst. Met., 14, 130-134 (1973) (Experimental, Thermodyn., 9)

[106] Sudavsova, V.S., Batalin, G.I., "Aluminium Activity in Liquid Iron Alloys" (en russe), Ukrain. Khim. Zhur., 46, 268-270 (1980) (Experimental, Thermodyn., 8)

[107] Berecz, E., Bader, I., Weberner, Kovacs, E., Hovath, J., Szina, G., "Thermodynamic Examination of Aluminium Alloys by the Electrochemical Method" (en angarien), Banyasz. Kohasz. Lapok, Kohasz, 117, 413-417 (1984) (Experimental, Thermodyn., 10)

[108] Li, Y., Ochin, P., Quivy, A., Telolahy, P., Legendre, B., "Enthalpy of Formation of Al-Fe-Si Alloys (τ5, τ10, τ1, τ9)", J. Alloys Compd., 298, 198-202 (2000) (Experimental, Thermodyn., 20)

[109] Crussard, C., Aubertin, F., " Étude thermoélectrique et thermodynamique d'alliage à base d'aluminium contenant Mg, Si, Fe ou Ti " (en français), Rev. Metall., 46, 661-675 (1949) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 12)

[110] Ogawa, S., Matsuzaki, Y., "Study of the Supperlattices in Ternary Iron-Aluminium-Silicon Alloys by X-rays", Nippon Kinzoku Gakkaishi, 15, 242-244 (1951) (Crys. Structure, Experimental, *, 9)

[111] Ogawa, S., Matsuzaki, Y"Study on the Superlattice of Ternary Alloys by X-rays", Sci. Rep. Res. Inst.Tohoku Univ,3A, 50-54 (1951) (Crys. Structure, Experimental, *, 9)

[112] Arutyunyan, S.V., Selissky, Ya.P., "The Question of Superstructure in Fe-Si-Al Alloys" (en russe), Izv. Akad. Nauk. Arm. SSR, Fizika, 3, 8-11 (1968) (Crys. Structure, Experimental, 5)

[113] Arutyunyan, S.V., "Some Features of Atomic Ordering in Ternary Fe-Si-Al Alloys" (en russe), Izv. Akad. Nauk Arm. SSR, Fizika, 3, 294-297 (1968) (Crys. Structure, Experimental, 2)

[114] Arutyunyan, S.V., "Transition from Atomic Ordering to Disordering in Fe_3(Al,Si) Alloys Related to the Formation of the K-Effect" (en russe), Izv. Akad. Nauk Arm. SSR, Ser. Tekh. Nauk, 32, 36-42 (1970) (Experimental, 4)

[115] Friemelt, K., Ditusa, J.F., Bucher, E., Aeppli, G., "Coulomb Interactions in Al Doped FeSi at Low Temperatures", Ann. Phys., Leipzig, 5(2), 175-183 (1996) (Crys. Structure, Experimental, 25)

[116] Ohta, Y., Miura, S., Mishima, Y., "Thermoelectric Semiconductor Iron Disilicides Produced by Sintering Elemental Powders", Intermetallics, 7, 1203-1210 (1999) (Equi. Diagram, Experimental, Thermal Conduct., 19).

[117] Dorofeyeva, Ye.A., Sasnin, Y.V., Stolokotniy, V.L., "Cross-Relaxation of Magnetic Permeability in Alloy FeSiAl", Phys. Met. Metallogr., 65(3), 172-174 (1988) (Experimental, 2).

[118] Schroeer, W., Hartig, C., Mecking, H., “Plasticity of D03-ordered Fe-Al and Fe-Al-Si Single-Crystals”, Z. Metallkd., 84(5), 294-300 (1993) (Equi. Diagram, Experimental, 30)

[119] Choi, Y., Ra, H., “Microstructure of Gas Atomized Al-Fe-Si Alloy Powders” (en coréen), J. Korean Inst. Met., 34(2), 230-235 (1996) (Experimental, 11)

[120] Cho, H.S., Kim, K.S., Jeong, H.G., Yamagata, H., “Microstructure and Mechanical Properties of Extruded Rapidly Solidified Al-16Si-5Fe Based Alloys”, Key Eng. Mater., 189-191, 479-483 (2001) (Experimental, Mechan. Prop., 5)

[121] Jennings, P.H., Pumphrey, W.L., “A Consideration of the Constitution of Aluminium-Iron-Silicon Alloys and Its Relation to Cracking Above the Solidus”, J. Inst. Met., 74, 249-258 (1948) (Experimental, 14)

[122] Bhattamishra, A.K., Chattoraj, I., Basu, D.K., De, P.K., “Study on the Influence of the Si/Fe Ratio on the Corrosion Behavior of Some Al-Fe-Si Alloys”, Z. Metallkd., 91(5), 393-396 (2000) (Corrosion, Experimental, 23

[123] O’Handley, R.C., 2000. Modern Magnetic Materials: Principles and Investigations, Wiley Interscience

[124] R.A.McCurrie, Ferromagnetic Materials: Structure and Properties,Academic Press, London,1994.

[125] Shokrollahi, H., 2009. The magnetic and structural properties of the most important alloys of iron produced by mechanical alloying, Materials and Design 30, p. 3374.

[126] Masumoto, H., 1936. Science Report Tohoku Imp. University 25.

[127] Liu, L., Yang, Z.H., Deng, C.R., Li, Z.W., Abshinova, M.A., Kong, L.B., 2012. High frequency properties of composites membrane with in-plane aligned Sendust flake prepared by infiltration method, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 324, p. 1786.

[128] Han, M., Liang, D., Rozanov, K. N., Deng, L., 2013. Microwave permeability and Mossbauer spectra of flaky Fe-Si-Al particles, IEEE Transactions on Magnetics 49, p. 982.

[129] Shirakata, Y., Hidaka, N., Ishitsuka, M., Teramoto, A., Ohmi, T., 2008. High permeability and low loss Ni-Fe composite material for high-frequency applications, IEEE Transactions on Magnetics, 44, p. 2100.

[130] Sakai, K., Wada, Y., Yoshikado, S., 2008. Composite electromagnetic wave absorber made of permalloy or sendust and effect of sendust particle size on absorption characteristics, PIERS Online, 4., p. 846.

[131] Madina Abshinova. Factors affecting magnetic properties of Fe-Si-Al and Ni-Fe-Mo alloys.Procedia Engineering 76 (2014) 35 – 44

[132] Magnetic and Electrical Heating Element Alloys Developed in Japan.” Australian Scientific Mission to Japan, Report No. 5.261 (1946).

[133] OGAWA, S. and MATSUZAKI, Y. Science Repts. Tohoku Univ., First Ser. 3 (1951) 50.

[134] THURLBY, E. G. Metal Progr. 60 (1951) 83.

[135] R. I. GARROD, L. M. HOGAN, Australia. ACTA METALLURGICA, VOL. 2, 1954 pg 887-888

[136] G.Y.Chin,J.H.Wernick,in:E.P.Wohlfarth(Ed.),Ferromagnetic Materials,vol2, Elsevier, Amsterdam,1980(Chapter2).

[137]N.Boukherroub,A.Guittoum,N.Souami,K.Akkouche,S.Boutarfaia,Structural, microstructural and Mössbauer studies of nanocrystalline Fe100–x Alx powders elaborated by mechanical alloying,Eur.Phys.J.WebConf.29(00010) (2012)1–7.

[138] M. Kezrane,A.Guittoum,N.Boukherroub,S.Lamrani,T.Sahraoui, Mössbauer and X-ray diffraction studies of nanostructured Fe70Al30 powders elaborated by mechanical alloying,J.AlloysCompd.536S(2012)S304–S307.

[139] O. Ikeda,I.Ohnuma,R.Kainuma,K.Ishida,Phase equilibria and stability of ordered BCC phases in the Fe-rich portion of the Fe–Al system,Intermetallics9 (2001)755–761.

[140] C. Bormio-Nunes,C.T.DosSantos,M.B.DeSouzaDias,S.Granovsky, M. Loewenhaupt,Magnetostriction of the polycrystalline Fe80Al20 alloy doped with boron,J.AlloysCompd.539(2012)226.

[141] Hadef,A.Otmani,A.Djekoun,J.M.Greneche,The formation mechanism of mechanically alloyed Fe–20 at%Al powder,J.Magn.Magn.Mater.326(2013) 261–265.

[142] M. Takahashi, S. Nishimaki and T. Wakiyama ; Magnetocrystalline anisotropy and magnetostriction of Fe-Si-Al (Sendust) single crystals ;Journal of Magnetism and Magnetic Materials 66 (1987) 55-62.

[143] A.H. Kasama, C. Bolfarini, C.S. Kiminami, W.J. Botta Filho, Mater. Sci. Eng. A 449–451 (2007) 375.

[144] M. Aghaie-Khafri, R. Mahmudib, J. Mater. Proc. Tech. 169 (2005) 38.

[145] M.I. Ullah, K.R. Coffey, M.A. Parker, J.K. Howard, IEEE Trans. Magn. 30 (1994) 3927.

[146] B. Zuo, N. Saraswati, T. Sritharan, H.H. Hng, Mater. Sci. Eng. A 371 (2004) 210.

[147] H. Ono, S. Yoshida, S. Ando, Y. Shimada, J. Appl. Phys. 93 (2003).

[148] K.I. Arai, K. Ishiyama, J. Magn. Magn. Mater. 133 (1994) 233.

[149] H.J. Fecht, Nanostruct. Mater. 6 (1995) 33.

[150] BULLETIN NO.KMC-S1. MAGNETICS BUTLER, PA (USA). 1999, 7. https://www.mag-inc.com/Media/Magnetics/File-Library/Product%20Literature/Powder%20Core%20Literature/kmc-s1.pdf?ext=.pdf. Date d'accès : 01/01/2017.

[151] Chih-Wen Chen ; Magnetism and Metallurgy of Soft Magnetic Materials; Ch 6 pg 394; Dover Publications 2013. NY, New York (USA)

[152] Imaida Y. Hot isostatic pressing of sendust metal powders. Material research bulletin. 1992; 27, 661-668.

[153] S.Watanabe, Z. Nakamura, S. Hanada, T. Sato and O. Izumi, J. Jpn. Inst. Metals, 47, 351 (1983).

[154] T.Miyazaki, T. Tsuzuki, T. Kozakai and Y. Fujimoto, J. Jpn. Inst. Metals, 46, iiii (1982).

[155] Senno H. Yanagiuchi Y. Satomi M. Hirota E. Hayakawa S. newly developed Fe-Si-Al alloy heads by squeeze casting. IEEE Transactions on Magnetics. 1977; 13 (5), 1475-1477. DOI: 10.1109/TMAG.1977.1059612

[156] Isonishi K. Tokizane M. Journal of the Japan Institute of Metals. 1986; 50, 575. (Article en japonais)

[157] Yanagitani A. Murakami M. Yanagimoto M. Tanaka Y. J. the Japan Institute of Metals. 1991; 30 , 551. (paper in Japanese).

[158] Murakami M. Kanazawa R. Yanagitani A. Tanaka Y.Characteristics of Fe-9.6%Si-5.4%Al Alloy Produced By Metal Injection Molding with Gas-atomized Powder. Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy.1991; 38 (6), 820-823.

[159] T. Yamamoto and Y. Utsushikawa, Bull. Jpn. Inst. Metals, 40, 975 (1976).

[160] R. L. Coble and W. D. Kingery, J. Am. Ceram. Soc., 39, 377 (1956).

[161] F. P. Knudsen, J. Am. Ceram. Soc., 42, 376 (1959).

[162] W. Duckworth, J. Am. Ceram. Soc., 36, 68 (1953).

[163] T. Yamamoto, J. Jpn. Inst. Elect. Comm. Eng., 229, 273 (1942).

Chapitre II : Procédure expérimentale

Le présent travail implique la préparation de divers échantillons d'alliages Fe-Si-Al et la caractérisation de ces échantillons pour déterminer leur composition réelle et leur structure cristalline et ces différentes propriétés mécaniques et magnétiques.

Dans le présent chapitre, nous décrirons les techniques de préparation et de caractérisation des échantillons ainsi que les méthodes expérimentales utilisées pour la mesure de diverses propriétés physiques.

II.1. Dispositif Arc Melting:

Un arc électrique est utilisé pour faire fondre les éléments constitutifs pour fabriquer notre alliage. Le four de fusion à arc comprend principalement deux parties:

(i) Un foyer avec des tasses d'une seule polarité électrique.

(ii) Des électrodes de polarité opposée.

Les éléments à fondre sont placés dans une coupelle de l'âtre et les électrodes sont utilisées pour fondre les constituants. Une températures supérieure à 3500 ° C peuvent être atteinte dans un tel four.

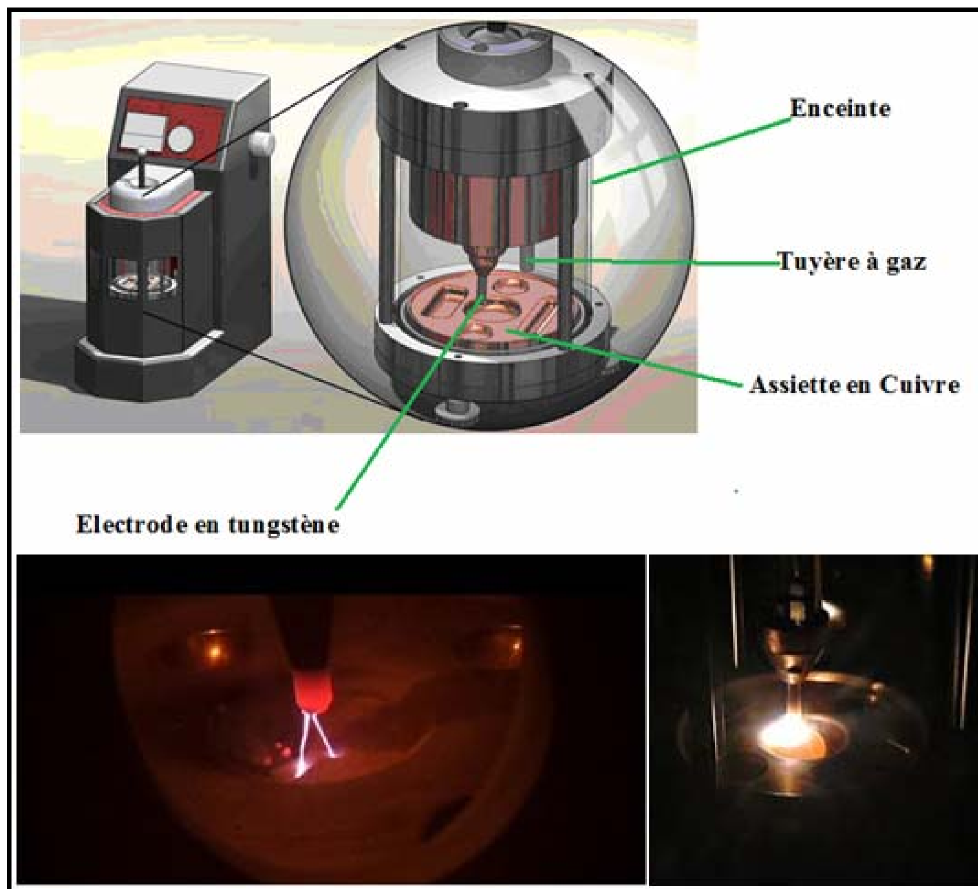


Figure 1. Dispositif Arc Melting

Nous avons utilisé un four mis en place au laboratoire Compton (Université de Washington à Saint Louis dans le Missouri, Etats-Unis) pour préparer des alliages pour la présente étude. Des tiges de cuivre en forme de dards pénètrent dans la partie supérieure qui porte des électrodes en tungstène, qui sont montées de manière à permettre un mouvement angulaire et vertical de l'électrode. La section inférieure a une ouverture conique qui comporte une variété de foyers en cuivre. Une pompe mécanique est fixée pour l'évacuation avant le remplissage de gaz inerte.

Il y a des ports prévus pour l'entrée et la sortie de gaz inerte également. Ce four est utilisé pour fondre des matériaux principalement métalliques.

Pour utiliser ce four, le matériau à fondre est placé dans la coupe de l'âtre. Un petit morceau de titane est également placé dans une petite tasse séparée de l'âtre. Le foyer est inséré dans le trou conique dans le fond du four et serré en position. Le four est ensuite purgé par une pompe mécanique, suivi d'un remblayage avec de l'argon inerte. Un courant approprié est ensuite réglé dans l'alimentation électrique. Tout d'abord, la pièce d'un métal (getter tel que Ti) est fondue par l'arc pour éliminer toute impureté d'oxygène possible de l'argon gazeux. Ensuite, l'arc agit sur le matériau à fondre sous le gaz d'argon secondaire. Les dards sont déplacés autour et sur le matériau afin d'obtenir une masse fondue uniforme et homogène. L'échantillon est retourné et refondu plusieurs fois pour assurer l'homogénéité de l'échantillon. Ensuite, l'arc est éteint en diminuant progressivement le courant de l'alimentation.

II.2. Préparation des échantillons:

Des alliages de compositions nominales de $Fe_{73.71}Al_{10.77}Si_{15.52+X}$ (X = -5, -10, 0, +5) ; $Fe_{73.71}Al_{10.77+X}Si_{15.52}$ (X = -5, 0, +5, +10) et $Fe_{73.71+X}Al_{10.77}Si_{15.52}$ (X = -20, -10, 0, +10, +20) ont été préparés tel que les rapport Fe/Al, Fe/Si et Si/Al soient constant respectivement (Tableau 1) ce qui correspond à différentes compositions.

Les éléments ont été achetés auprès d'Alfa-Aesar avec des puretés de 99,95% pour Fe, 9,999% pour Al et 99,9999% pour Si. Ils ont été fondus sur un foyer en Cu sous atmosphère Ar (pureté 5N), qui a été encore améliorée par le piégeage Ti-Zr. Des morceaux d'aluminium et de silicium ont été fondus pour former un alliage eutectique, qui a ensuite été mélangé avec des morceaux de Fe. Ce choix de procédé de réaction vise à réduire l'exothermicité de la réaction entre les éléments. Les lingots obtenus ont été retournés et refondus au moins trois fois pour améliorer l'homogénéité des échantillons de post-réaction.

Les échantillons de Fe-Si-Al préparés en technique de fusion à l'arc ont été découpés avec une scie à diamant à faible vitesse (Buehler, USA) en diverses formes et tailles selon les besoins des expériences.

	Composition en % atomique		
	Al	Fe	Si
A : S-10%Si	*11,96*	*81,90*	*6,13*
B : S-5%Si	*11,33*	*77,59*	*11,07*
C : S	*10,76*	*73,72*	*15,51*
D : S+5%Si	*10,25*	*70,20*	*19,54*
E : S-5%Al	*6,07*	*77,6*	*16,33*
F : S+5%Al	*15*	*70,2*	*14,8*
G : S+10%Al	*18,88*	*67*	*14,12*
H : S-20%Fe	*13,46*	*67,14*	*19,4*
I : S-10Fe	*11,96*	*70,79*	*17,25*
J : S+10%Fe	*9,8*	*76,1*	*14,1*
K : S+20%Fe	*8,97*	*78,1*	*12,93*

Tableau 1. Les compositions des échantillons étudiés

II.3. Caractérisations d'échantillons

II.3.1. Diffraction des rayons X:

Très souvent, les solides ont les constituants (atomes / molécules) disposés dans une structure périodique connue sous le nom de structure cristalline. La structure cristalline peut être considérée comme si une unité de constituants appelée «motif» est attachée à chaque point d'un modèle périodique de points connu sous le nom de «réseau». Ainsi structure cristalline = réseau + motif. Le treillis peut être généré en répétant un bloc de points de réseau appelé «cellule unitaire» du réseau. La cellule unitaire d'un réseau tridimensionnel est décrite par trois vecteurs de réseau a, b et c (ou de manière équivalente par les grandeurs a, b, c de ces trois vecteurs et les angles mutuels α,β et γ le long des bords de la cellule unitaire . Les directions le long de ces vecteurs de réseau sont connues sous le nom d'axes cristallographiques.

Une direction dans le réseau, telle qu'un vecteur unitaire dans cette direction passant par l'origine a des projections le long des axes cristallographiques dans le rapport h: k: l, est indiquée par les indices de Miller [hkl]. De même, un ensemble de plans de réseau est noté

avec des indices de Miller (hkl) où h, k, l sont les réciproques des interceptions fractionnelles que le plan fait avec les axes cristallographiques. Le vecteur normal aux plans avec grandeur a des indices de Miller [hkl]. Ici, dhkl est la distance inter-plan de l'ensemble des plans. Des exemples de quelques directions de réseau et de plan (111) dans un réseau cubique sont montrés sur la figure 2.

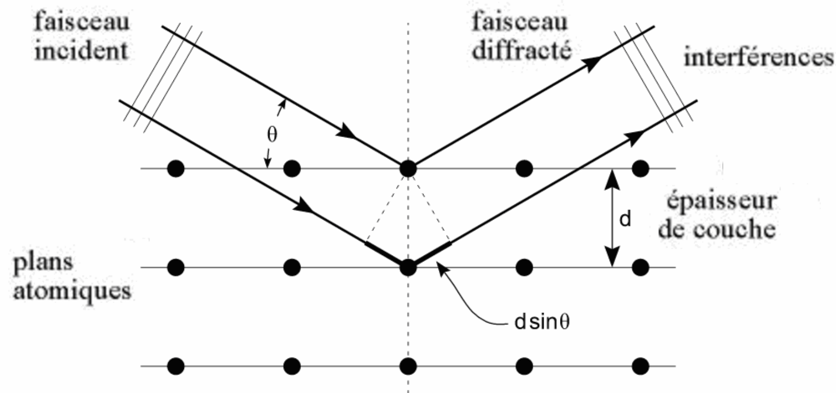


Figure 2: Diffraction des rayons X (longueur d'onde $\boldsymbol{\lambda}$) à partir des plans réticulaires avec espacement $\boldsymbol{d_{hkl}}$.

La diffraction des rayons X est l'une des techniques permettant de déterminer la structure cristalline d'un matériau. Cela fonctionne sur le principe que les rayons X, ayant une longueur d'onde proche de distance inter-atomique dans les solides, se diffractent de l'arrangement régulier des atomes lorsqu'ils sont incidents sur le matériau.

La position des maxima de diffraction est liée à l'espacement entre les plans de réseau dans le solide cristallin. Pour une radiographie d'onde plane incidente sous un angle θ par rapport à un ensemble de plans atomiques dans l'échantillon, le maximum de diffraction apparaît sous un angle θ (comme indiqué sur la figure 2).

La position du maximum dans le diagramme de diffraction et l'espacement entre les plans de réseau correspondants sont liés selon la loi de Bragg:

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda$$

dhkl est l'espacement entre les plans de réseau (hkl), λ est la longueur d'onde du rayon X et $\boldsymbol{n}$ est un nombre entier. La loi de Bragg établit la condition fondamentale de l'interférence constructive selon laquelle la différence de trajet $2d_{hkl}\ sin\ \phi$ entre les rayons X, diffractés par deux plans de réseau consécutifs, est un multiple entier de la longueur d'onde de rayons X. Les positions de ces maxima (pics) dans le diagramme de diffraction donnent des informations sur les paramètres de la cellule unitaire. L'intensité des pics de diffraction a

l'information sur la structure interne de la cellule unitaire (par exemple, si la cellule unitaire cubique est simple ou centrée sur le corps ou centrée sur la face).

Les puretés de phase des lingots fondus à l'arc ont été étudiées par diffraction des rayons X en utilisant un diffractomètre à rayons X Rigaku D-MaxB (figure 3) avec un rayonnement Cu-K alpha afin de déterminer la composition des phases.

Un diagramme de diffraction des rayons X typique pour notre alliage est présenté dans la figure 4.



Figure 3: Diffractomètre à rayons X Rigaku D-MaxB

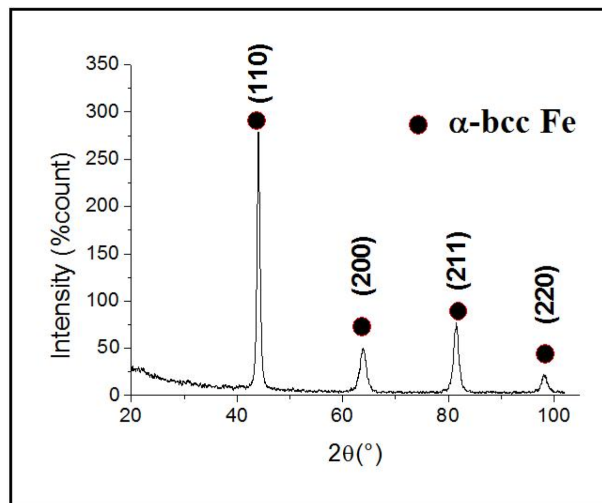


Figure 4: Diagramme typique de diffraction des rayons X (XRD) de l'alliage sendust

II.3.2. EDX et MEB

Un microscope électronique à balayage (MEB) est un type de microscope électronique qui produit des images d'un échantillon en balayant la surface avec un faisceau focalisé d'électrons. Les électrons interagissent avec les atomes de l'échantillon, produisant divers signaux contenant des informations sur la topographie et la composition de l'échantillon. Les

microstructures des parties polies optiquement des lingots fondus à l'arc ont été étudiées par microscopie électronique à balayage (JEOL, modèle 7001LVF). La composition réelle des alliages ainsi préparés a été déterminée par analyse par rayons X à dispersion d'énergie (EDX). La topographie de surface de l'échantillon a également été déterminée.

L'analyse EDX est une technique utile pour déterminer la composition élémentaire du matériau. Il fonctionne sur le principe que les atomes de chaque élément ont une structure électronique unique avec des énergies de liaison caractéristiques des électrons dans différents niveaux électroniques. Lorsque le faisceau d'électrons de haute énergie interagit avec les atomes dans le matériau, il peut exciter les électrons des niveaux internes de l'atome ou éjecter les électrons de l'atome, créant ainsi une lacune dans un niveau électronique particulier. Un électron dans un niveau d'énergie plus élevé remplit cette lacune et la différence d'énergie est libérée sous la forme d'un rayonnement électromagnétique. Le schéma de ce processus est représenté sur la figure 5.

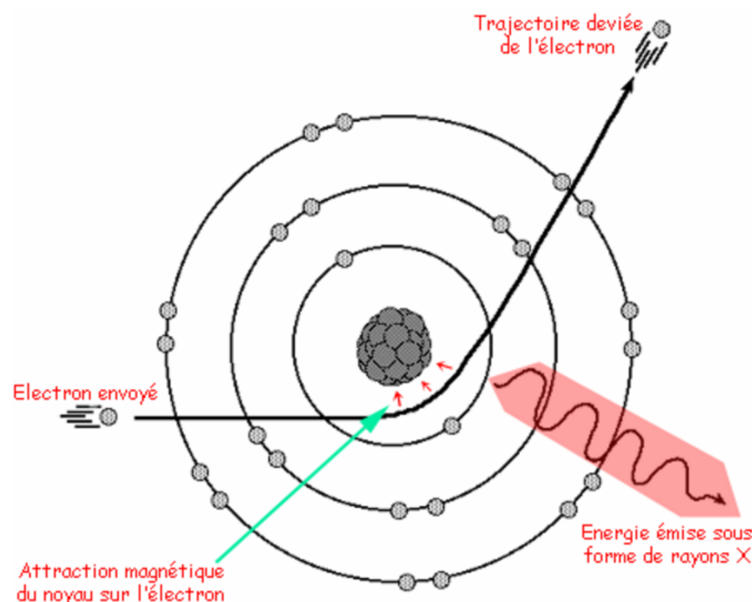


Figure 5: Schéma de l'émission de rayons X d'un atome.

L'énergie du rayonnement émis est dans la gamme des rayons X pour les niveaux K les plus profonds. L'énergie de cette radiographie est caractéristique de l'atome et peut être utilisée comme empreinte de l'atome particulier. Le nombre de photons X et l'énergie de ceux-ci sont mesurés avec un analyseur à dispersion d'énergie. Les informations provenant de l'analyseur (voir par exemple figure 6) sont utilisées pour l'analyse quantitative de la composition élémentaire du matériau.

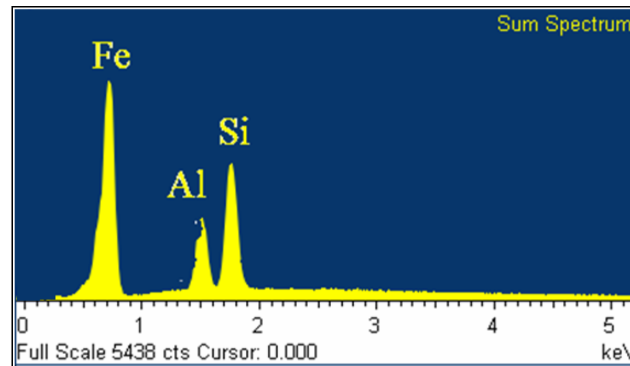


Figure 6: Spectre typique des rayons X à dispersion d'énergie (EDX) des alliages Sendust.

Nous avons effectué une analyse EDX de nos échantillons à l'aide d'une machine de microscopie électronique à balayage (JEOL, modèle 7001F) (figure 7). Le JEOL JSM-7001F avec sa cathode à émission de champ Schottky unique dans l'objectif offre des courants d'échantillons élevés jusqu'à 400 nA avec une résolution exceptionnelle pour des analyses sophistiquées avec EDS, WDS, EBSP et cathodoluminescence. Le courant maximum élevé du JSM-7001F n'est en effet qu'un des avantages de cette source nouvellement conçue; un autre avantage est le contrôle facile, rapide et continu du courant de faisceau de quelques pA jusqu'au courant maximum disponible. Par conséquent, l'instrument est spécialement qualifié pour la lithographie par faisceau d'électrons à résolution rapide et haute résolution.



Figure 7: microscopie électronique à balayage (JEOL, modèle 7001F)

II.3.3. Balance de Faraday:

La balance de Faraday (figure 8) convient à la mesure de susceptibilité d'un petit échantillon constitué de matériaux paramagnétiques, diamagnétiques ou même ferromagnétiques. Lors de l'insertion de l'échantillon du volume V avec le moment magnétique total:

$$M_C = M.V$$

Dans le champ magnétique, le changement d'énergie se produit :

$$E = \frac{1}{2}\mu_0 M_C H$$

La force agissant sur l'échantillon dans le champ magnétique avec gradient dans la direction x est:

$$F = -\frac{dE}{dx} = \frac{1}{2}\mu_0 V \frac{d(M_C H)}{dx} = \mu_0 \chi_m VH \frac{dH}{dx}$$

Pour la dépendance linéaire de cette force sur la valeur de susceptibilité, nous avons besoin de gradient de champ répondant à la condition:

$$H\frac{dH}{dx} = const$$

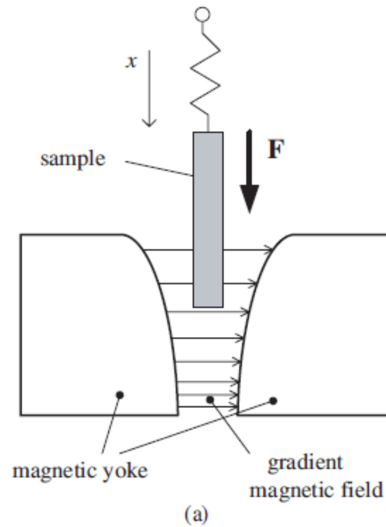


Figure 8: Principe de l'échelle de Faraday

La variation relative de la susceptibilité magnétique, χ/χ_{25} de la température ambiante (25 °C) a été obtenue à partir des mesures de force sur de petits spécimens (500-800 mg) en utilisant cette technique . La force, F, sur un échantillon de volume V et de susceptibilité magnétique χ dans un champ magnétique avec gradient dH / dx suivant la direction x est:

$$F = \mu_0 \chi\, V.H\frac{dH}{dx}$$

Où μ_0 est la constante magnétique. La force subie par l'échantillon a été mesurée entre 25 et 225 °C sous un champ magnétique de ***10 mT*** à des intervalles de 10°C. Le % de variation de la susceptibilité magnétique est par conséquent:

$$\frac{\Delta\chi}{\chi} = \frac{\chi}{\chi_{25}} = \frac{F}{F_f}$$

où, χ est la susceptibilité du matériau à la température T et χ_{25} à la température T = 25 ° C.

II.3.4. Test de la dureté Vickers HV

En 1921, Robert L. Smith et George E ont développé le test de dureté Vickers. Le test de Vickers est souvent plus facile à utiliser que d'autres tests de dureté car les calculs requis sont indépendants de la taille du pénétrateur, et le pénétrateur peut être utilisé pour tous les matériaux, quelle que soit la dureté. Le principe de base, comme toutes les mesures courantes de dureté, est d'observer la capacité du matériau interrogé à résister à la déformation plastique d'une source standard.

Le test Vickers peut être utilisé pour tous les métaux et possède l'une des plus grandes échelles parmi les tests de dureté. L'unité de dureté donnée par l'essai est connue sous le nom de nombre de pyramides de Vickers (HV) ou de dureté de pyramide de diamant (DPH). Le nombre de dureté peut être converti en unités de Pascals, mais ne doit pas être confondu avec la pression, qui utilise les mêmes unités. Le nombre de dureté est déterminé par la charge sur la surface de l'indentation et non par la zone normale à la force, et n'est donc pas une pression.

Il a été décidé que la forme du pénétrateur devrait être capable de produire des impressions géométriquement similaires, quelle que soit leur taille; l'impression devrait avoir des points de mesure bien définis; et le pénétrateur devrait avoir une haute résistance à l'auto-déformation. Un diamant sous la forme d'une pyramide à base carrée satisfaisait à ces conditions. Il a été établi que la taille idéale d'une empreinte de Brinell était ⅜ du diamètre de la bille. Comme deux tangentes au cercle aux extrémités d'une corde 3d / 8 longue se croisent à 136 ° (figure 9)

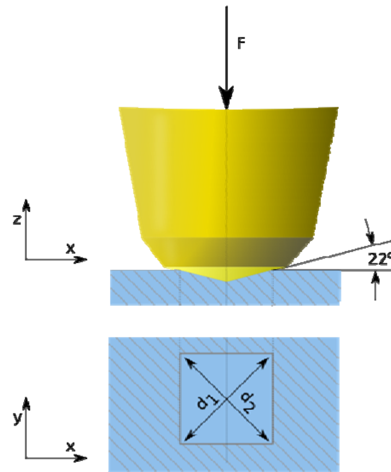


Figure 9: Schéma du test Vickers

Il a été décidé d'utiliser cet angle comme angle inclus du pénétrateur, donnant un angle au plan horizontal de 22 ° sur de chaque côté. L'angle a été varié expérimentalement et il a été constaté que la valeur de dureté obtenue sur une pièce de matériau homogène restait constante, quelle que soit la charge. En conséquence, des charges de différentes grandeurs sont appliquées sur une surface plane, en fonction de la dureté du matériau à mesurer. Le nombre HV est alors déterminé par le rapport F / A, où F est la force appliquée au diamant en kilogrammes et ***A*** est la surface de l'indentation résultante en millimètres carrés. ***A*** peut être déterminé par la formule:

$$A = \frac{d^2}{2\sin(136/2)} \approx \frac{d^2}{1.8544}$$

Où ***d*** est la longueur moyenne de la diagonale laissée par le pénétrateur en millimètres. Par conséquent,

$$HV = \frac{F}{A} = \frac{1.8544F}{d^2} \quad [Kgf / mm^2]$$

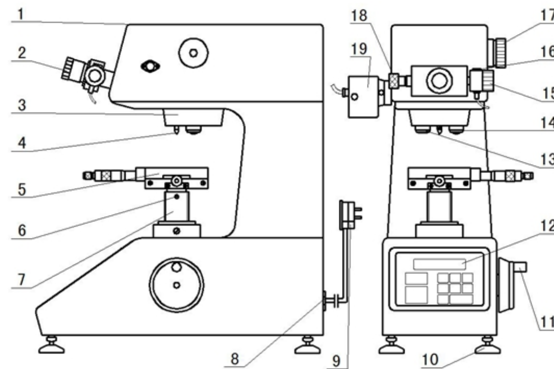
Où ***F*** est en kgf et ***d*** est en millimètres.

Les unités correspondantes de HV sont alors kilogrammes-force par millimètre carré (kgf / mm²). Pour calculer le nombre de dureté Vickers en utilisant les unités SI, il faut convertir la force appliquée à partir de newtons en force de kilogramme en divisant par 9.806 65 (gravité standard). Cela conduit à l'équation suivante:

$$HV = 0.1891\frac{F}{d^2} \quad [N / mm^2]$$

Où F est dans N et d est en millimètres.

Une erreur courante est que la formule ci-dessus pour calculer le nombre de HV ne donne pas un nombre de Newton par millimètre carré (N / mm2), mais donne directement le nombre de dureté de Vickers (généralement donné sans unité), qui est en fait kilogrammes-force par millimètre carré (kgf / mm²).



1. couvercle supérieur, 2. oculaire, 3. tourelle, 4. pénétrateur, 5. Enclume d'essai X-Y, 6. vis 7. vis de levage, 8. interrupteur d'alimentation, 9. fusible, 10. vis de niveau, 11. volant, 12. LCD 13. Objectif 10X, 14. Objectif 40X, 15. roue du tambour droit, 16. bouton de mesure 17. roue de changement à main, 18. roue de tambour gauche, 19. source lumineuse de l'oculaire

Figure 10: Testeur de dureté Vickers

Les nombres de dureté Vickers sont indiqués par xxxHVyy, par ex. 440HV30 ou xxxHVyy / zz si la durée de la force varie de 10 s à 15 s, par ex. 440Hv30 / 20, où:

440 est le nombre de dureté, HV donne l'échelle de dureté (Vickers), 30 indique la charge utilisée en kgf. 20 indique le temps de chargement s'il diffère de 10 s à 15 s

Les valeurs de Vickers sont généralement indépendantes de la force d'essai: elles seront identiques pour 500 gf et 50 kgf, à condition que la force soit d'au moins 200 gf.

Les tests de micro-dureté (HV) de Vickers ont été effectués sur des échantillons de sendust fondus à l'arc poli optiquement à l'aide d'un testeur de dureté Micro-Vickers numérique HVD-1000) (LPICo Ltd). Des moyennes sur deux mesures, utilisant des charges de 20 gf (force de Gram) et de 50 gf appliquées sur un temps de chargement de 10 secondes, ont été utilisées dans l'analyse.

II.3.5. Mesure de magnétisation

La magnétisation (M) est définie comme le moment magnétique par unité de volume. Une mesure expérimentale de l'aimantation est nécessaire pour déterminer l'amplitude du moment magnétique. Il peut être mesuré soit de manière isotherme avec un champ magnétique croissant, soit avec un changement de température dans un champ magnétique constant. La magnétisation peut être mesurée par les techniques dites directes car elles consistent en une implication directe du moment magnétique dans la mesure.

Ceux-ci comprennent :

(i) Les techniques de force qui impliquent la détermination de la force / couple sur un échantillon magnétisé.

(ii) Les techniques de flux qui impliquent soit la détermination du flux magnétique soit la détermination du taux de changement de flux lié à l'échantillon magnétisé.

Les techniques de force comprennent la balance de Faraday, le magnétomètre à couple, etc., tandis que les techniques de flux comprennent le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM), le magnétomètre à supraconducteur, etc.

La magnétisation peut également être mesurée par diverses techniques indirectes telles que l'effet Hall, l'effet Kerr magnéto-optique, les effets Faraday, la résonance magnétique nucléaire, la résonance ferromagnétique, l'effet Mossbauer, la diffusion des neutrons, la résonance de spin du muon,... etc.

La technique utilisée dans ce travail est la méthode VSM qui est basée sur la loi d'induction de Faraday. Une vibration périodique de l'échantillon magnétisé provoque un changement périodique du flux magnétique lié à une bobine de détection. Ce changement de flux induit une tension périodique dans la bobine de détection. La tension périodique induite a la même fréquence que celle de la vibration de l'échantillon.

Avec l'utilisation d'une technique de verrouillage, la tension induite peut être mesurée avec précision. L'amplitude du signal de tension dépend de l'aimantation.

Chapitre III : Résultats et discussions

Le présent chapitre sera dédié à la présentation des résultats, leurs représentations graphiques suivies des interprétations et discussions appropriées. Les propriétés structurales, morphologique, mécaniques et magnétiques vont être discutées.

III.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Toutes les compositions aux figures 1 montrent la formation de la solution solide Fe (Si, Al) cubique centrée (cc) où les atomes de Si et Al sont dissous dans le réseau Fe conduisant à la formation de cette phase.

L'énergie totale transférée dans le matériau pendant le processus de fusion à l'arc est susceptible d'être investie dans le désordre (création de défauts tels que les lacunes, les empilements ou les dislocations) et la formation de joints de grains. Les joints de grain ont intrinsèquement une structure hétérogène dans l'échelle nanométrique (différentes valeurs moyennes pour la coordination du plus proche voisin et la densité atomique, haute densité de défauts, et donc le volume libre augmenté) comparées aux nano cristaux, favorisant le stockage d'énergie libre dans le système et l'augmentation de la micro déformation moyenne [1, 2]. En fait, cette énergie stockée aux joints de grains agit comme une force motrice pour la formation d'une solution solide sursaturée avec un nombre total d'atomes de soluté Al et Si (33%) beaucoup plus élevé que la limite de solubilité de chaque élément Si (10 at%) où Al (20 at%) dans bcc-Fe aux conditions d'équilibre [3].

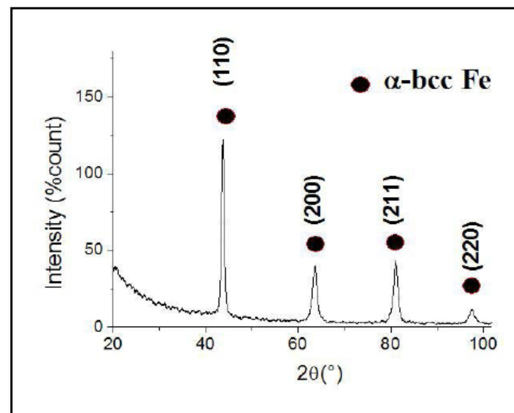


Figure 1.a. DRX de l’échantillon A (S-10 at % Si).

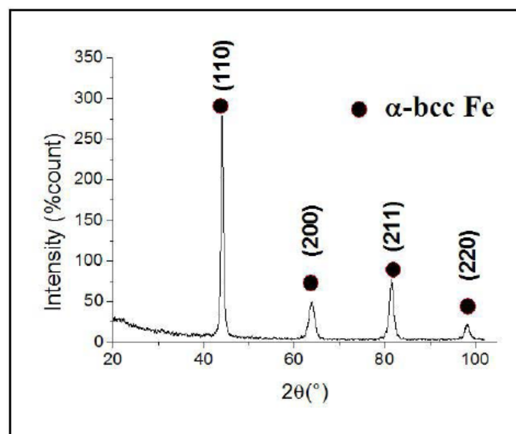


Figure 1.b. DRX de l'échantillon B (S-5 at % Si).

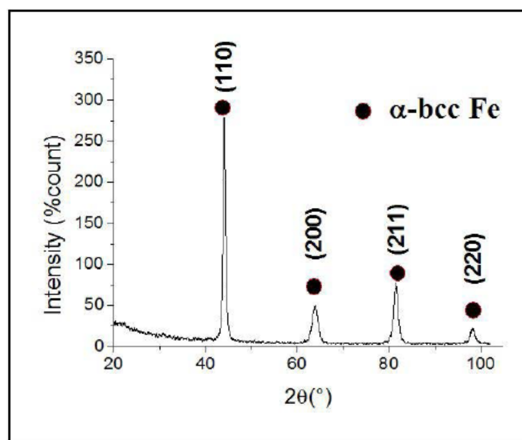


Figure 1.c. DRX de l'échantillon C (Sendust).

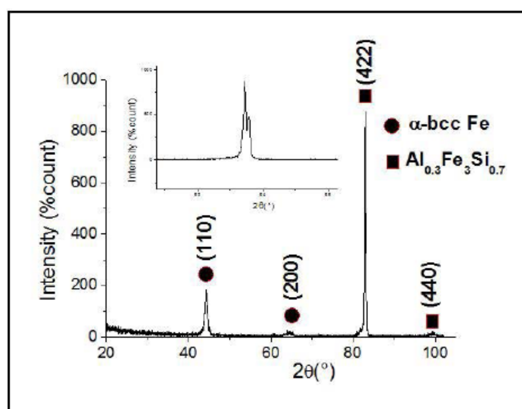


Figure 1.d. DRX de l'échantillon D (S+5 at % Si).

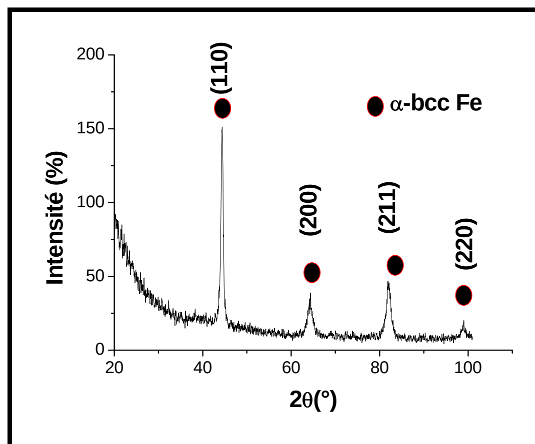


Figure 1.e. DRX de l'échantillon E (S-5at%Al).

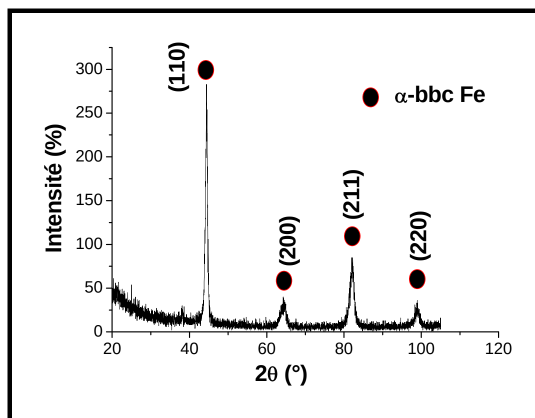


Figure 1.f. DRX de l'échantillon F (S+5at%Al).

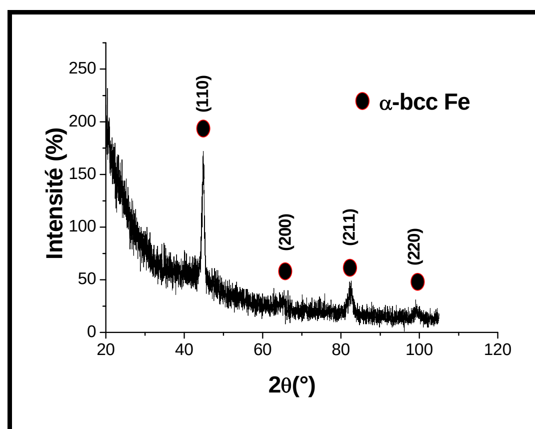


Figure 1.g. DRX de l'échantillon G (S+10at%Al).

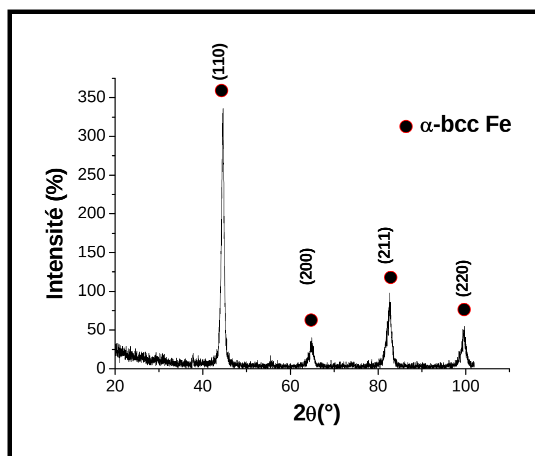


Figure 1.h. DRX de l'échantillon H (S-20%Fe).

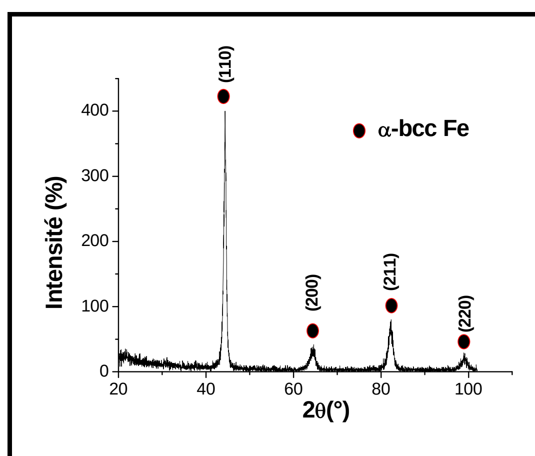


Figure 1.i. DRX de l'échantillon I (S-10%Fe).

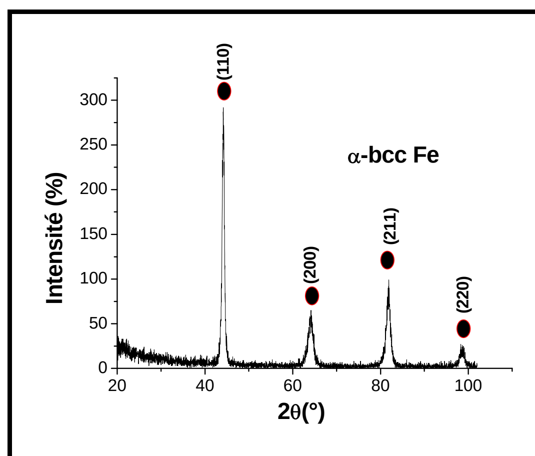


Figure 1.j. DRX de l'échantillon J (S+10%Fe).

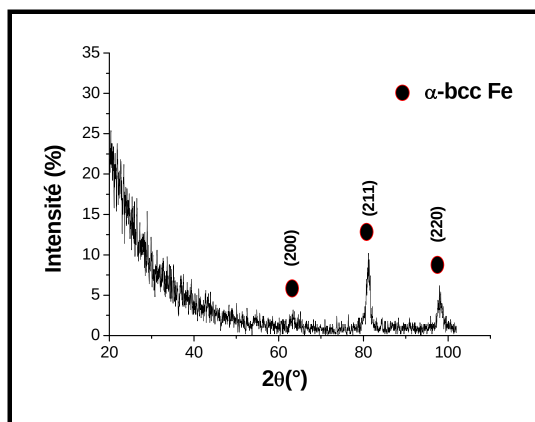


Figure 1.k. DRX de l'échantillon K (S+20%Fe).

Les diffractogrammes XRD des figures 1(a, b, c, d) révèlent que tous les échantillons montrent la formation de la solution solide désordonnés bcc-Fe (Si, Al) ; cependant l'échantillon avec un excès de 5 atomes de pourcentage de silicium montre un pic de haute intensité supplémentaire près de 2Θ = 83° qui correspond au pic 422 de la phase ordonnée DO3 (α1-Fe3Si0.7Al0.3); Un petit fractionnement de ce pic (voir l'encart de la figure 2.d) provient des lignes Cu-Kα / $K\alpha_1$. En l'absence d'autres pics pour les phases ordonnées dans la résolution des présentes mesures, la présence du pic (4,2,2) indique une orientation préférée de la phase DO_3 (α_1-$Fe_3Si_{0.7}Al_{0.3}$).

La présence de la phase DO_3 ordonnée pour l'alliage avec la plus haute teneur en Si n'est pas surprenante, puisque Takahashi [4] a suggéré que les transitions (αFe)→α_2 et α_2→α_1 ont une variation non monotone avec l'augmentation de la teneur en Si [5]. Chang [6] a proposé une transformation αFe→α_1 dans α_1-Fe_3 ($Al_{0,392}Si_{0,608}$) près de 1050°C. Même si l'effet de Si sur la séparation de phases induite par l'ordre autour de Fe_3Al n'a pas été étudié en détail, il est important de noter que Morris [7] a observé un mélange de phases αFe + α1 dans un alliage Fe-17Al-1Si (at.%) dans une plage de température allant de 400 à 600 ° C. À des températures plus élevées, les microstructures d'équilibre sont constituées de plus petites quantités de phase α_1 sous forme de particules isolées, tandis qu'à des températures plus basses, une plus grande partie de cette phase apparaît sous forme de cuboïdes avec des parois épaisses désordonnées [8] suggérant une transition order-désordre de type DO_3↔α à 900 ° C. Par conséquent, un refroidissement rapide de la masse fondue à partir de températures beaucoup plus élevées dans le procédé de fusion à l'arc a probablement provoqué la disparition de la phase DO_3 pour les alliages à faible teneur en Si. Pour l'alliage ayant la teneur en Si la plus élevée, l'apparition de cette phase n'a pas pu être supprimée [6].

La figure 2.a.1 montrent que le paramètre de maille de la phase bcc-Fe (Si, Al) varie de façon non monotone en fonction de teneur en silicium. Les atomes de Si et Al occupent des sites de substitution dans les solutions solides à base de Fe [9]. La substitution de Fe par les atomes de Si ou Al provoque une contraction du réseau en raison d'une liaison covalente plus forte même si les atomes de Si sont plus grands que Fe, expliquant le comportement du paramètre de maille observée [5].

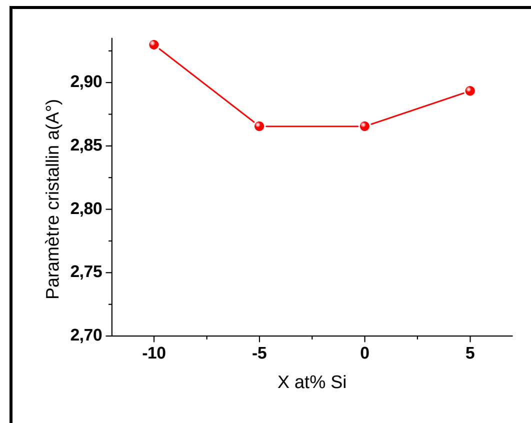


Figure 2.a.1. Paramètre (a) de α-Fe (Al, Si) en fonction de l'addition de Si.

L'échantillon A (S-10at% Si) indique un paramètre de maille ***a =292,97pm*** supérieur à celui de bcc-Fe (***a = 286,64pm***). En ajoutant plus de Si dans les échantillons B, C réduit le paramètre de maille à une valeur plus proche de celle de bcc-Fe (*286,64pm*), comme suggéré précédemment. Cependant, l'augmentation du paramètre de maille pour la composition D (Sendust +5at% Si) est probablement due à la formation de la phase DO_3 qui nécessite une diffusion à longue distance de plus de Si que de Al de la solution solide Fe à la phase DO_3 pendant la solidification.

Dans un travail similaire, Selisski [10] a mesuré les paramètres de maille d'alliages jusqu'à 13% en masse de Al et 18% en masse de Si et a observé un point d'inflexion dans la courbe du paramètre de réseau par rapport à la composition. Ceci a été attribué à la réaction d'ordre et à la formation de la phase Fe_3 (Al, Si) ayant la superstructure $D0_3$. Sato [11] a également soutenu ces résultats au moyen de mesures de chaleur spécifiques en fonction du rapport Si / Al indiquant un faible changement de l'énergie libre de Gibbs, suggérant une réaction de second ordre.

Les figures 2.a.2 et 2.a .3 montrent un comportement non monotone du paramètre cristallin de la solution solide.

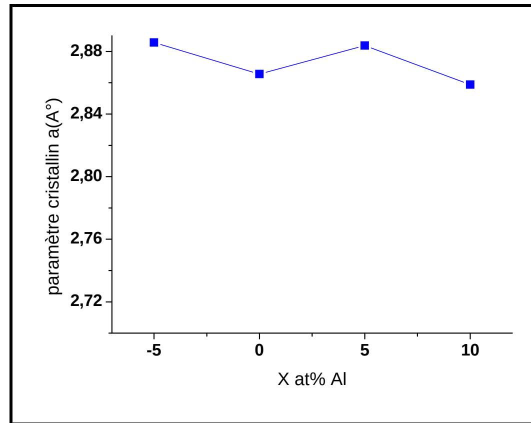


Figure 2.a.2. Paramètre (a) de α-Fe (Al, Si) en fonction de l'addition de Al.

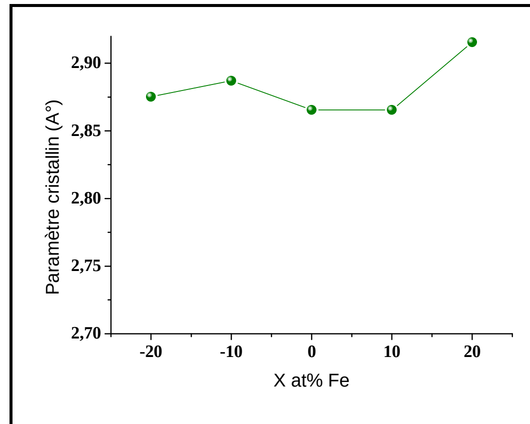


Figure 2.a.3. Paramètre (a) de α-Fe (Al, Si)en fonction de l'addition de Fe.

III.2. Analyse structurale basée sur la méthode de Williamson-Hall

La méthode de Williamson-Hall (WH) [12] est basée sur l'hypothèse que l'élargissement des pics de diffraction dus aux divers effets, tels que la taille des grains et la déformation du réseau, est additif. Les différentes contributions peuvent être exprimées par l'équation:

$$\delta(2\theta)\cos(\theta_0) = \frac{0.9\lambda}{D_{WH}} + 4e.\sin(\theta_0) \qquad (3)$$

(2θ) est la largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic de Bragg (en radians), $\boldsymbol{\theta_0}$ est l'angle de Bragg du pic analysé, ***λ*** est la longueur d'onde des rayons X en nanomètres (***λ = 0.154056*** nm pour Cu-Ka), ***DWH*** est la taille moyenne des cristallites, et **e** est la souche réticulaire.

A partir d'un tracé linéaire de ***δ (2θ)*** cos $\boldsymbol{\theta_0}$ par rapport à ***sin*** $\boldsymbol{\theta_0}$, il est alors possible d'extraire la taille moyenne des grains et la déformation du réseau.

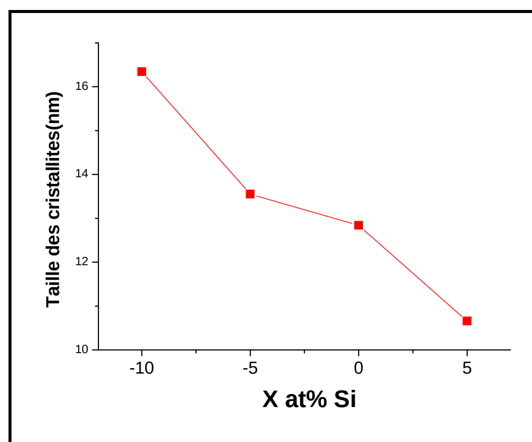


Figure 2.b.1. Taille des cristallites de α-Fe (Al, Si) en fonction de l'adition de Si.

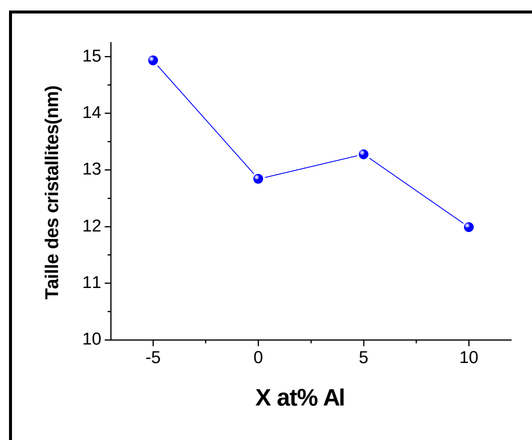


Figure 2.b.2. Taille des cristallites de α-Fe (Al, Si) en fonction de l'adition de Al.

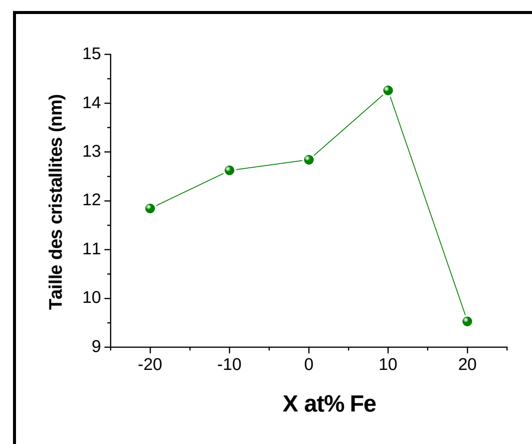


Figure 2.b.3. Taille des cristallites de α-Fe (Al, Si) en fonction de l'adition de Fe.

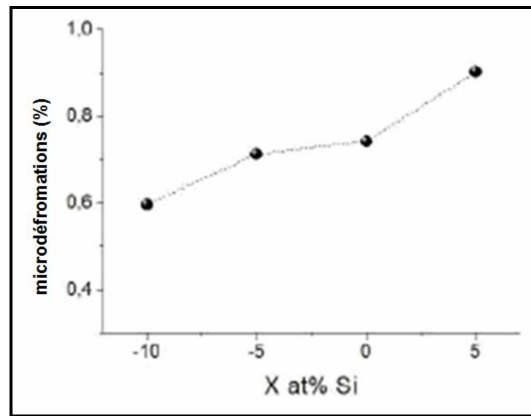


Figure 2.c.1. Micro déformation de α-Fe (Al, Si) en fonction de l'adition du Si.

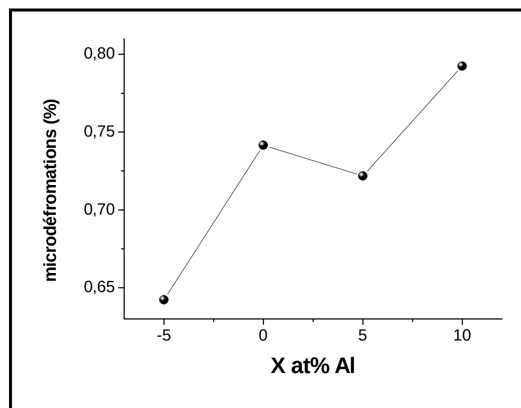


Figure 2.c.2. Micro déformation de α-Fe (Al, Si) en fonction de l'adition du Al.

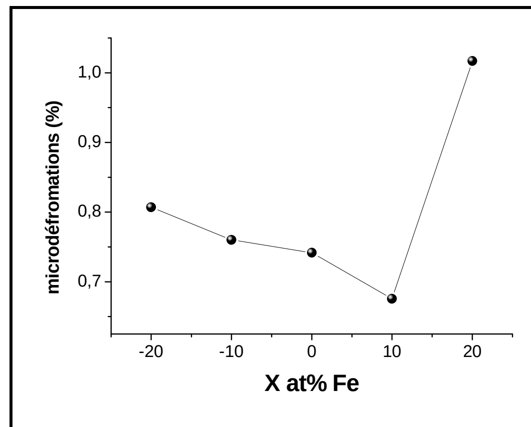


Figure 2.c.3. Micro déformation de α-Fe (Al, Si) en fonction de l'adition du Fe.

Les figures 2.b et 2.c montrent les résultats d'une telle analyse. La taille des grains cristallins diminue avec l'augmentation du silicium, ce qui est probablement dû au ralentissement de la croissance de la solution solide α-Fe (Si, Al) due au refroidissement rapide (moins de temps de diffusion) pendant la fusion, et au Si qui annihile la croissance de

la matrice de cristallites de la solution solide α-Fe (Si, Al) pendant la trempe sous atmosphère d'argon . La taille de grain obtenue à partir de cette analyse (figures 2) est inférieure à la longueur d'échange du fer, qui est d'environ 30 nm [13]. Toutefois, la contrainte de réseau augmente (figure 2 c) avec une teneur croissante en silicium, ce qui met en évidence que la contrainte de réseau augmente avec une taille des grains décroissante [14]. En outre, les vitesses de refroidissement élevées pendant la fusion à l'arc introduisent également une certaine contrainte thermique. Le comportement observé est probablement le résultat de ces deux effets.

La variation du teneur en Al et Fe montre un comportement non monotone de la taille des cristallites ainsi que la micro déformation de la solution. Cependant il est à noter que l'augmentation de Fe augmente la taille des cristallites avec une chute remarquable dans sa valeur avec la composition à 20% en excès de Fe.

III.3. Analyse de microstructure

Les micrographies optiques et MEB (figures 3 et 4) indiquent une homogénéité de phase des échantillons au moins à l'échelle micrométrique; l'absence des pores dans les microstructures est notable, confirmant la densité élevée des produits. C'est l'un des avantages du procédé Fusion à l'arc.

Fait intéressant, les micrographies MEB de l'échantillon D (figures 4 (d) et 5) avec la plus haute teneur en Si n'a pas pu détecter la présence de deux phases différentes (désordonnée bcc Fe, DO_3 :α1-$Fe_3Si_{0.7}Al_{0.3}$, tel que détecté dans la diffraction des rayons X) même à l'échelle nanométrique. Très probablement, cela est dû au fait que l'espacement inter-atomique dans la structure DO_3 est presque la même que dans la structure bcc-Fe pseudo-morphique de type B2-FeSi [15].

La caractéristique de la faible déformation et le comportement épitaxial similaire de cette structure a une application potentielle dans la stabilisation des films de FeSi sur la surface Fe_3Si (100), principalement en raison de la ségrégation préférentielle de Si à la surface [16].

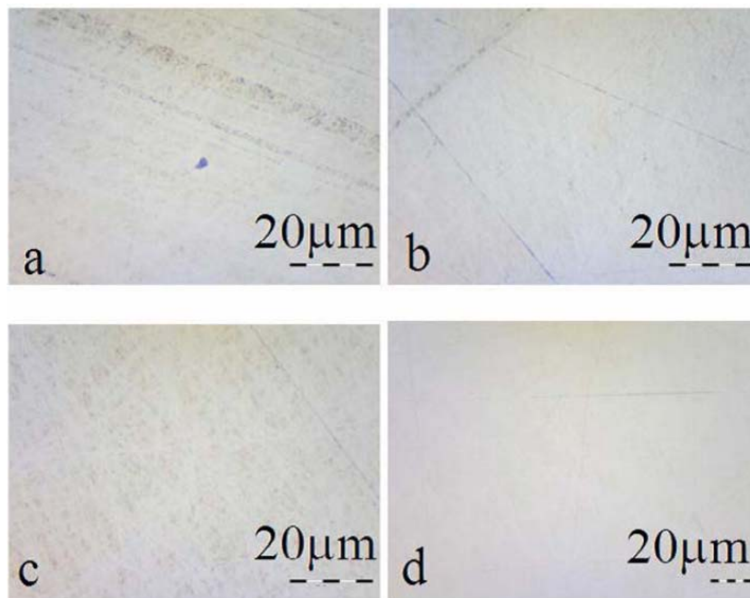


Figure 3.a. Micrographies optiques:
A (S-10 at.% Si); B (S-5 at.% Si) ; C (S) ; D (S+5 at.% Si).

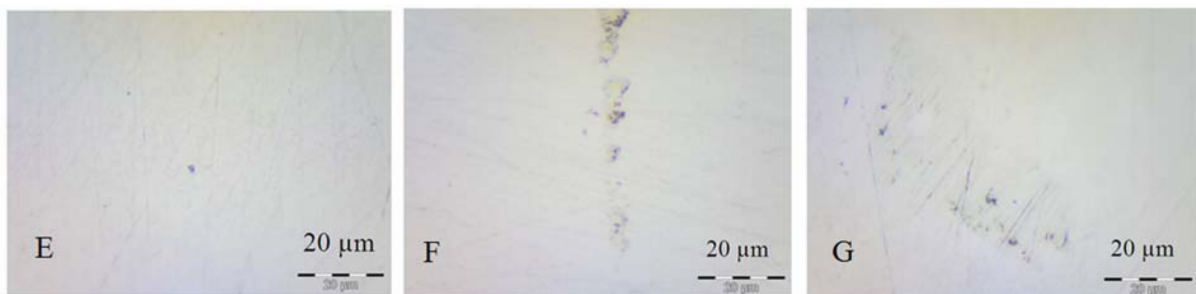


Figure 3.b. Micrographies optiques :

E (S-5 at.% Al); F (S+5 at.% Al); G (S+10 at.% Al)

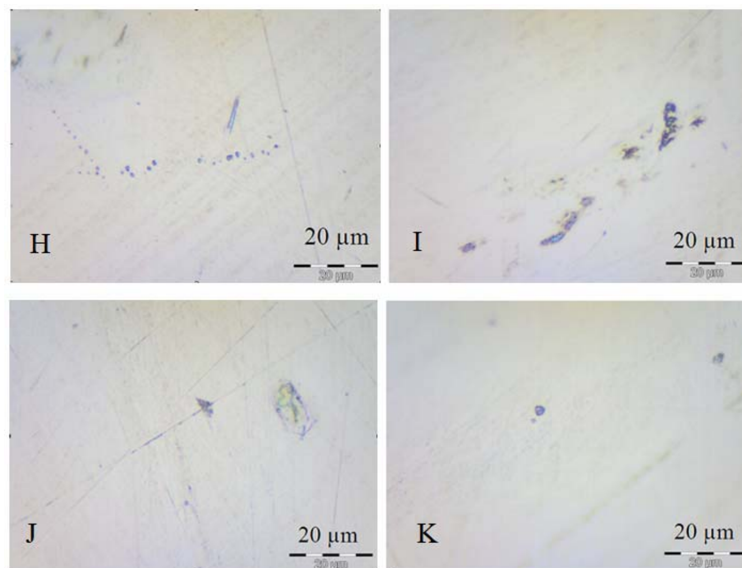


Figure 3.c. Micrographies optiques

H (S-20 at.% Fe); I (S-10 at.% Fe); J (S+10 at.% Fe); K (S+20 at.% Fe)

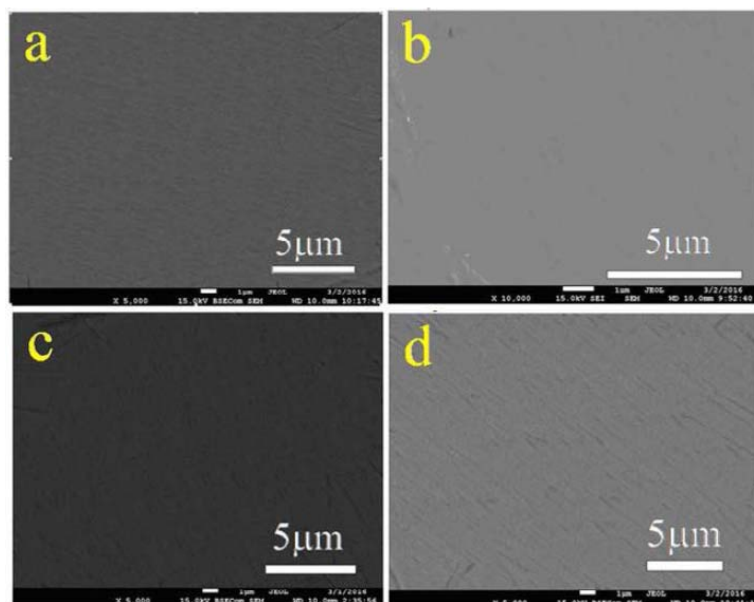


Figure 4.a. Micrographies MEB (X5000)
A (S-10 at.% Si); B (S-5 at.% Si); C (S); D (S+5 at.% Si).

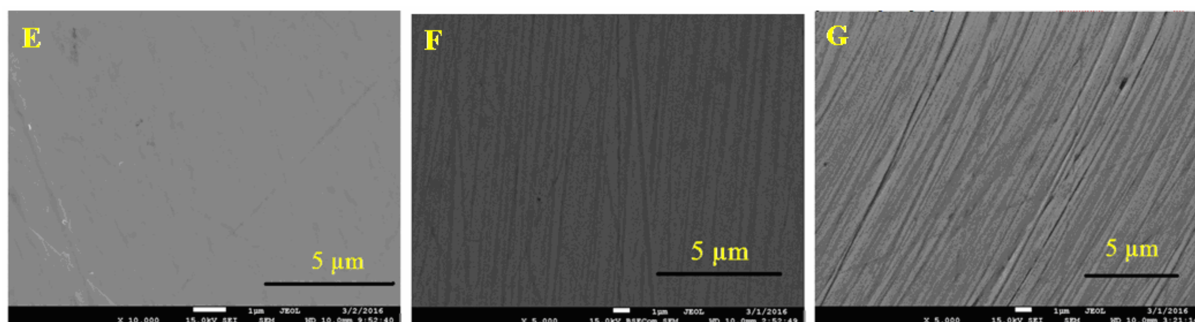


Figure 4.b. Micrographies MEB (X5000)

E (S-5 at.% Al); F (S+5 at.% Al); G (S+10 at.% Al)

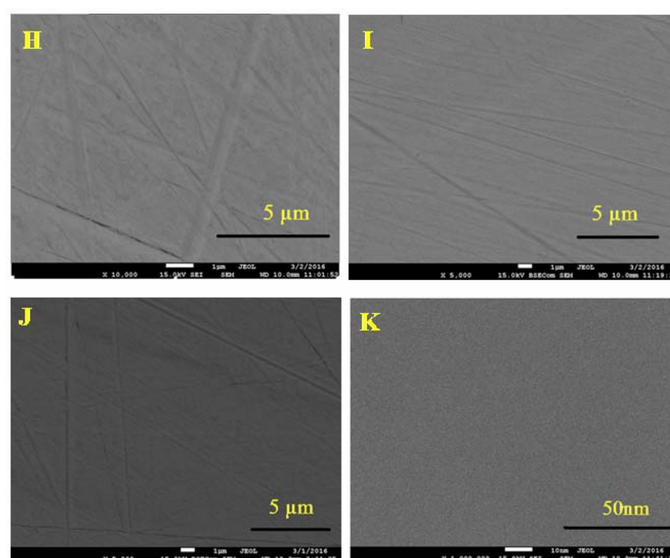


Figure 4.c. Micrographies MEB (X5000)

H (S-20 at.% Fe); I (S-10 at.% Fe); J (S+10 at.% Fe); K (S+20 at.% Fe)

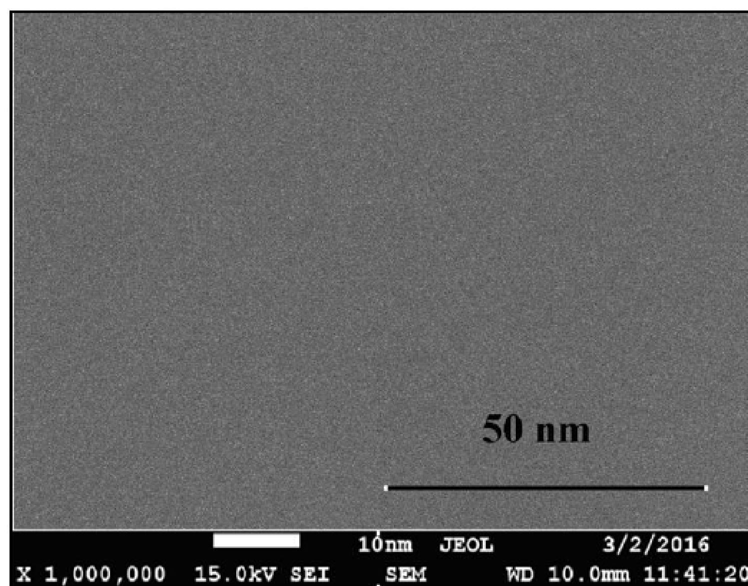


Figure 5. Micrographie MEB (X1000000) : D (19.54 at.% Si).

Contrairement à la technique de la fusion à l'arc, les autres procédés de synthèse, tels que le pressage isostatique à chaud (HIP), le pressage à chaud sous vide et l'extrusion à chaud, ne produisent pas de matériaux complètement denses. Senno [17] a développé la coulée à chaud pour éliminer les pores résiduels dans les lingots; cependant, les corps complètement denses n'ont pas pu être obtenus

Isonishi et Tokizane [8] ont étudié le pressage à chaud sous vide des poudres métalliques et ont montré que les comportements de déformation à haute température changeaient à une température autour de 900 °C où la transformation $DO_3 \leftrightarrow \alpha$ (ordre-désordre) se produisait. Yanagitani et Murakami [18],[19] ont étudié l'extrusion à chaud des poudriers et ont rapporté que la température optimale pour l'obtention de la densification était d'environ 1240 °C.

La texture consistait en de fines particules avec presque pas de pores. Considérant qu'un traitement supplémentaire est impliqué dans l'obtention de matériaux entièrement denses à partir d'autres méthodes de synthèse, le processus de fusion à l'arc semble être efficace et rentable.

Les compositions obtenues à partir d'une telle analyse sont présentées dans le tableau 1 pour toutes les compositions. Des analyses EDAX spécifiques aux éléments pour Fe, Si et Al sur des zones de 25x25 micromètres de nombreuses parties différentes de l'échantillon ont été prises pour explorer l'inhomogénéité chimique (non représentée ici). Dans la résolution des présentes mesures (2 at.%), aucune variation significative n'a été détectée dans le rapport

(Al+Si)/Fe entre la composition de départ et les échantillons traités à l'arc (variation de -5 à +2%) (Tableau 1).

	Composition initiale			**Composition finale (EDX)**			**Déviation après la réaction (%)**		
	Al	Fe	Si	Al	Fe	Si	Al/Si	(Al+Si)/Fe	Si/Fe
A : S-10%Si	11,96	81,90	6,13	11,11	82,71	6,18	*-7,9*	*-5,4*	*-0,2*
B : S-5%Si	11,33	77,59	11,07	9,75	77,16	13,08	*-27,2*	*2,5*	*18,8*
C : S	10,76	73,72	15,51	9,96	74,32	15,72	*-8,7*	*-3,0*	*0,5*
D : S+5%Si	10,25	70,20	19,54	9,43	70,99	19,58	*-8,2*	*-3,7*	*-0,9*
E : S-5%Al	6,07	77,6	16,33	5,89	77,54	16,57	*-4,4*	*0,3*	*1,5*
C : S	10,76	73,72	15,51	9,96	74,32	15,72	*-8,7*	*-3,0*	*0,5*
F : S+5%Al	15	70,2	14,8	13,88	71,92	14,2	*-3,6*	*-8,0*	*-6,3*
G : S+10%Al	18,88	67	14,12	20,14	66,41	13,45	*12,0*	*2,7*	*-3,9*
H : S-20%Fe	13,46	67,14	19,4	12,49	67,36	20,15	*-10,7*	*-1,0*	*3,5*
I : S-10Fe	11,96	70,79	17,25	11,03	70,65	18,32	*-13,2*	*0,7*	*6,4*
C : S	10,76	73,72	15,51	9,96	74,32	15,72	*-8,7*	*-3,0*	*0,5*
J : S+10%Fe	9,8	76,1	14,1	8,8	76,56	14,64	*-13,5*	*-2,5*	*3,2*
K : S+20%Fe	8,97	78,1	12,93	9,28	78,56	12,15	*10,1*	*-2,7*	*-6,6*

Tableau 1. Compositions initiales est finales

III.4. Propriétés mécaniques

Il y a eu peu d'études sur les propriétés mécaniques des alliages de Sendust presque quasi denses. Murakami et al. [18],[19] ont indiqué une valeur de 500 MPa pour la résistance à la flexion des matériaux Sendust produits par extrusion à chaud, qui était le double de la valeur rapportée pour les échantillons produits par la méthode de coulée normale.

Le pressage isostatique à chaud (HIP) s'est révélé être une méthode prometteuse pour la fabrication de corps frittés grâce à l'application de pressions élevées pendant la coulée. Le procédé HIP peut facilement densifier la poudre compactée à des températures plus basses que le frittage conventionnel. Imaida [20] a trouvé que la dépendance de la porosité (***p***) des résistances à la flexion et à la compression des échantillons synthétisés par le processus HIP, peut être exprimée par l'équation $\sigma = \sigma 0 exp\ (-np)$; $\sigma 0 = 540MPa$ pour la flexion et $\sigma 0 = 2800MPa$ pour les résistances à la compression; alors que $n = 0,22$ pour les deux.

On a également trouvé que le module de Young était de ***300GPa*** pour les corps frittés avec une densité presque théorique et que la dureté Vickers diminuait linéairement avec la porosité croissante, suggérant une valeur maximale de $Hv = 460MPa$ pour les alliages à porosité nulle [20].

Les présentes mesures montrent une valeur beaucoup plus élevée de 685 MPa pour la composition de Sendust fondue à l'arc que la prédiction précédente (figure 6). De telles propriétés peuvent être attribuées à la taille fine de grain (environ 13 nm) et à la haute densité du matériau (environ 95% pour toutes les compositions). De plus, la dureté Vickers augmente significativement avec l'augmentation de Si en raison de l'affinement du grain dû à la solidification rapide dans le processus de fusion à l'arc et à l'augmentation de la teneur en Si [21, 22]. Les données expérimentales pourraient être ajustées avec l'équation empirique suivante:

$$Hv(MPa) = Hv_s + A.X + B.X^2 \qquad (4)$$

Hv_s=685MPa, A=51.14MPa, B=2.47MP, X est l'addition en Si dans la composition $Fe_{73.71}Al_{10.77}Si_{15.52+X}$ (X= -10, -5, 0, +5)

La ligne continue sur la figure 6.a représente un tel ajustement.

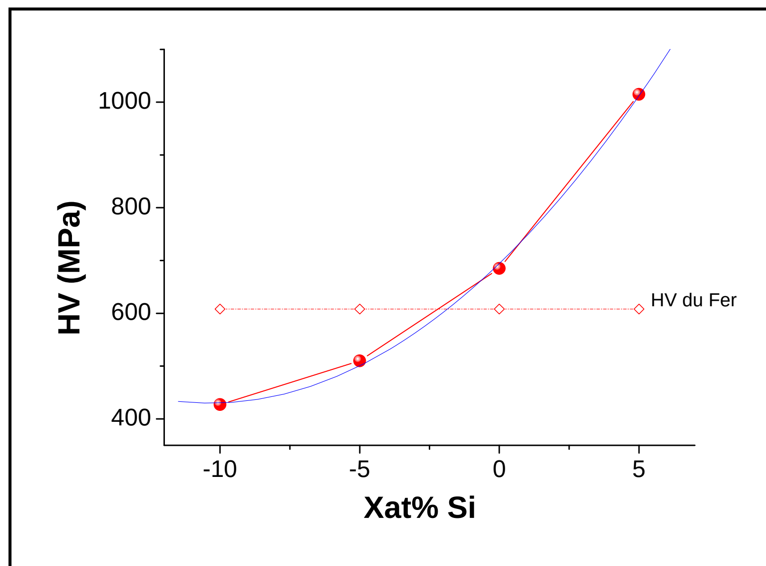


Figure 6.a. Micro dureté, HV, en fonction de l'addition de Si at. % dans composition standard (Sendust)

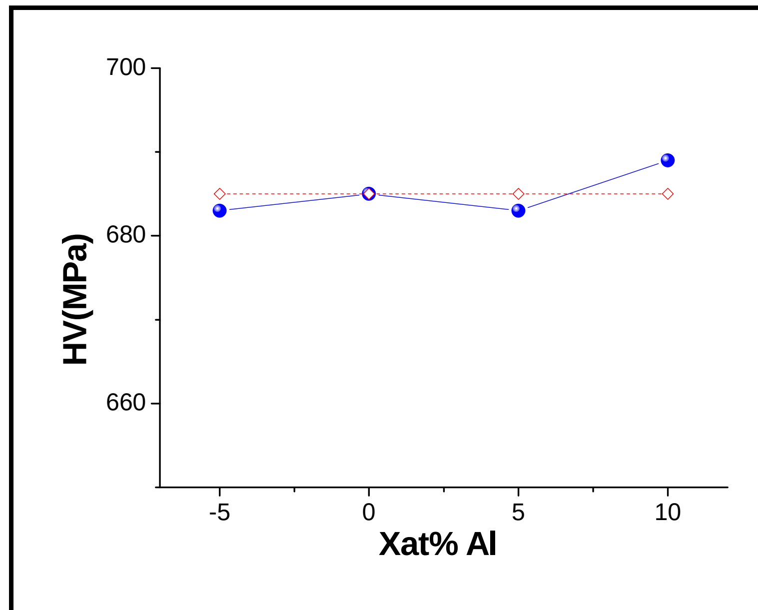


Figure 6.b. Micro dureté, HV, en fonction de l'addition de Al at. % dans composition standard (Sendust)

La figure 6.b montre que la variation de Al n'influe pas sur la dureté Vickers HV, il semble que dans ce rang de composition la dureté HV ne dépend que de la teneur en Fe et Si.

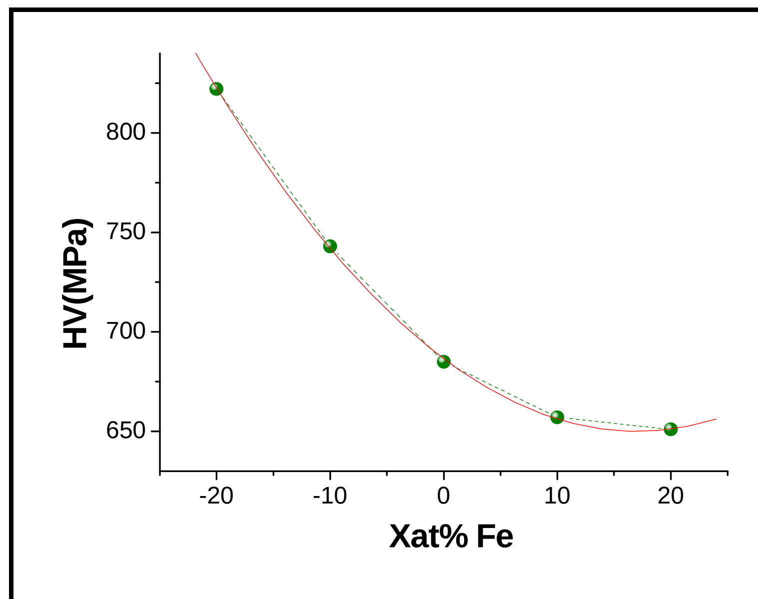


Figure 6.c. Micro dureté, HV, en fonction de l'addition de Fe at. % dans composition standard (Sendust)

Tandis que, l'addition du Fe diminue significativement la dureté malgré le comportement non monotone de la taille du grain qui diminue en ajoutant 20% at en Fe. De ce fait, on déduit que le facteur responsable de la variation de la dureté est bien la teneur en Si.

Les données expérimentales pourraient être ajustées avec l'équation empirique suivante.

$$Hv(MPa) = Hv_s + A.X + B.X^2 \qquad (4)$$

Hv_s=685MPa, A=-4,28MPa, B=0,13MP, *X* est l'addition en Fe dans la composition $Fe_{73.71+X}\,Al_{10.77}Si_{15.52}$ (*X= -20, -10, 0, +10, +20*).

La ligne continue sur la figure 6.c représente un tel ajustement.

III.5. Propriétés magnétiques

La perméabilité magnétique pour la poudre commerciale KOOL Mμ fournie par la compagnie MAGNETICS (BUTLER, PA, USA) utilisée souvent dans les noyaux magnétiques, varie avec la température, montrant un maximum autour de 30°C; présentant une variation dépendant de la taille des particules et de perméabilité initiale [23].

En revanche, les échantillons obtenus par fusion à l'arc montrent un comportement différent en dessous de 100 ° C (Figure 7). La susceptibilité diminue de façon monotone (dans l'intervalle 25-100 ° C) avec l'augmentation de la température pour toutes les compositions. Cependant, la diminution pour les compositions en teneur variable en Si au-dessus de 100 ° C est beaucoup plus faible (de -10% à -12%) que la poudre de KOOL Mμ (de -2% à -6%). Bien qu'on ait constaté son influence sur la saturation ; le silicium montre un rôle quasi neutre sur le comportement de la susceptibilité dans ce rang des températures (figure 7.a).

Le magnétisme des alliages Fe-Al-Si est principalement dû à l'environnement local des atomes de Fe, où le moment magnétique du Fe dépend du nombre de voisins les plus proches des atomes de Al et Si [24, 25]. Ainsi, la diminution dans la susceptibilité est provoquée principalement par l'agitation généralement les domaines magnétiques.

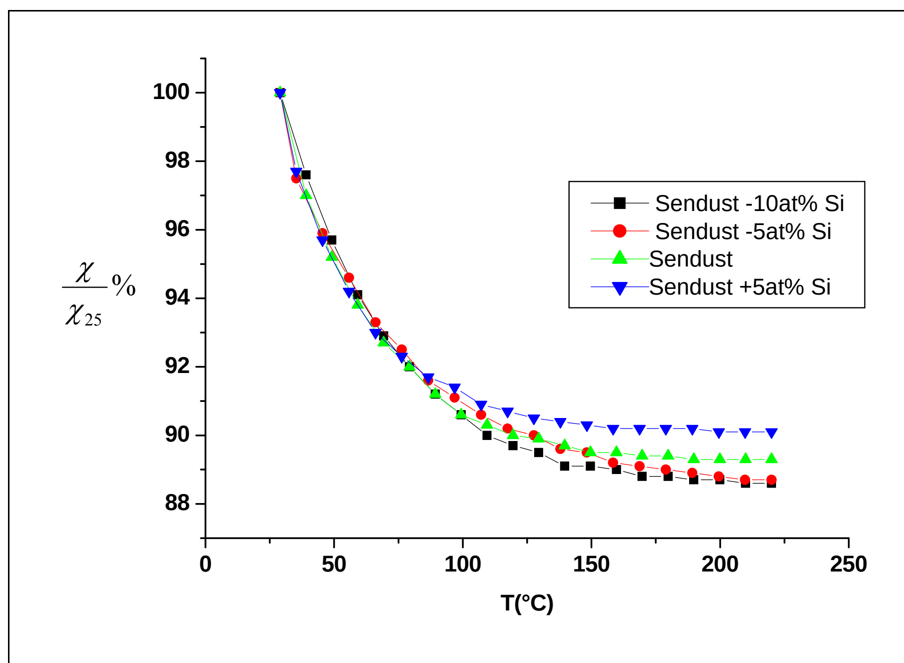


Figure 7.a. Courbes χ/χ_{25} (%) en fonction de la température des échantillons à différentes teneurs en Si (***H= 10 mT***).

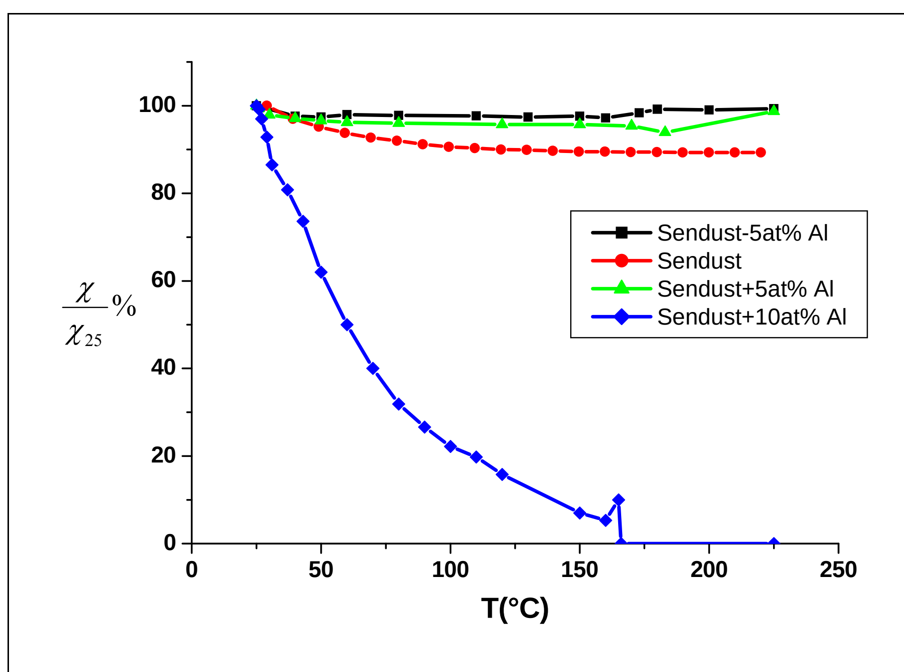


Figure 7.b. Courbes χ/χ_{25} (%) en fonction de la température pour les échantillons à différente teneur en Al (***H= 10 mT***).

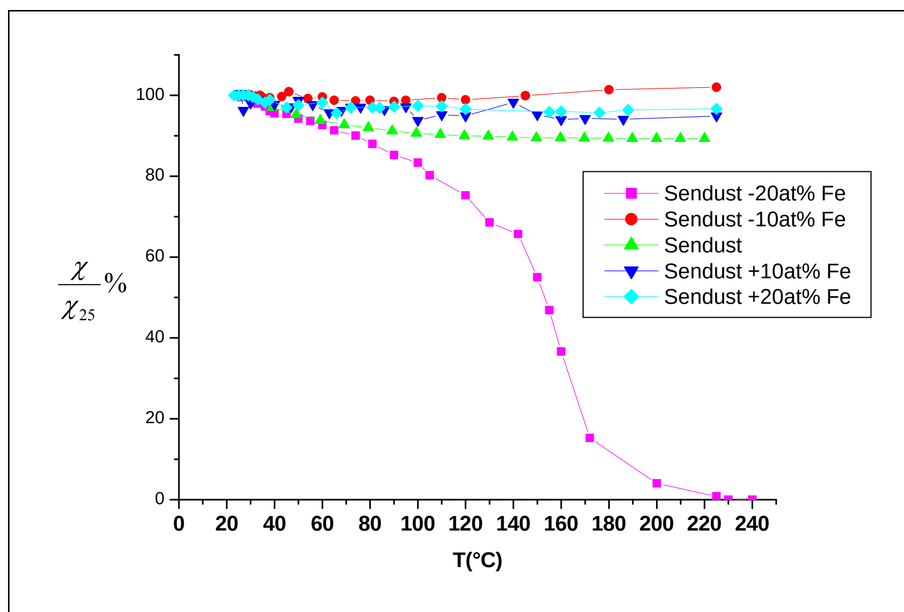


Figure 7.c. Courbes χ/χ_{25} (%) en fonction de la température pour les échantillons à différente teneur en Fe (***H= 10 mT***).

Les courbes des figures 7.b et 7.c révèlent respectivement une température de Curie autour de 165°C pour l'échantillon Sendust +10% at de Al et de 230°C pour l'échantillon Sendust -20% at de Fe. Selon l'analyse EDX (tableau 1) ces deux échantillons montrent un taux (Al+Si) le plus élevé ce qui explique la chute rapide en susceptibilité magnétique.

Les autres échantillons manifeste une stabilité dans l'intervalle 25-225°C, ce qui les rend très performants dans cet intervalle.

Généralement, si une propriété P varie en fonction de la température, alors l'emplacement du point d'inflexion (c'est-à-dire $\frac{\partial^2 P}{\partial T^2} = 0$) correspond au changement le plus rapide d'une propriété donnée avec la température et détermine la température d'une transition de phase. La susceptibilité de la composition sendust +20%at Fe montre un point d'inflexion à 168°C indiquant une transformation la plus rapide de la structure magnétique et/ou un transition d'ordre magnétique [26]. Il est important de noter que ce point coïncide parfaitement avec la température de curie de la composition Sendust +10at% Al (figure 7.d).

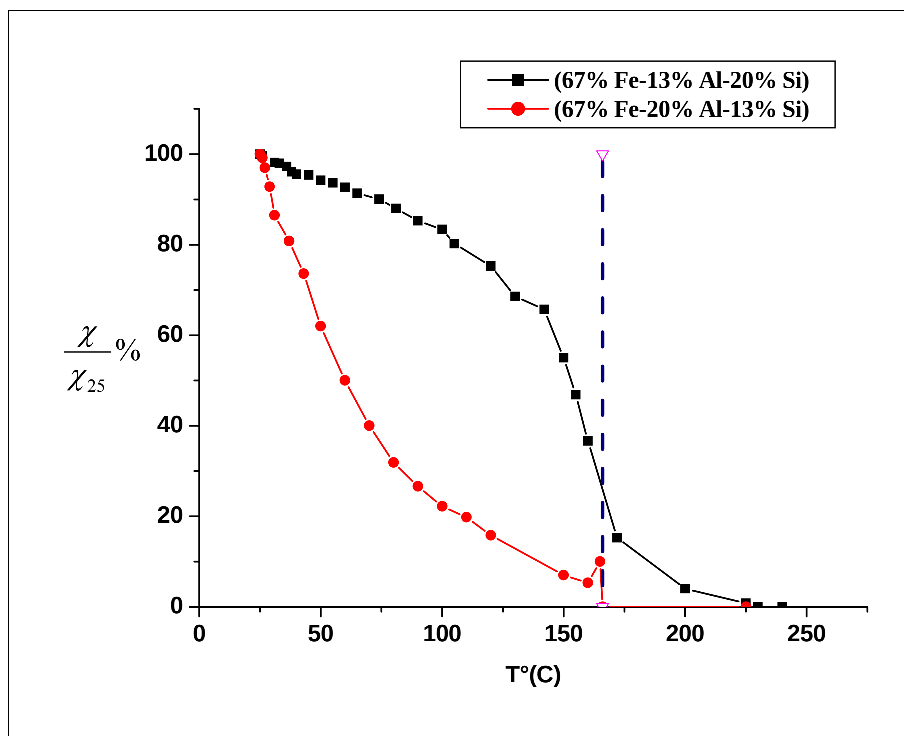


Figure 7.d. Courbes χ/χ_{25} (%) en fonction de la température pour les deux échantillons Sendust +10at% Al et Sendust -20at% Fe.(***H= 10 mT***)

L'aimantataion (M) est définie comme le moment magnétique par unité de volume (ou masse). Une mesure expérimentale de l'aimantation est nécessaire pour déterminer l'amplitude du moment magnétique. Il peut être mesuré soit de manière isotherme avec un champ magnétique croissant, soit avec un changement de température dans un champ magnétique constant. La courbe obtenue est appelée ***cycles d'hystérésis***, les résultats de ces mesures pour tous les échantillons sont résumés sur les figures.8.

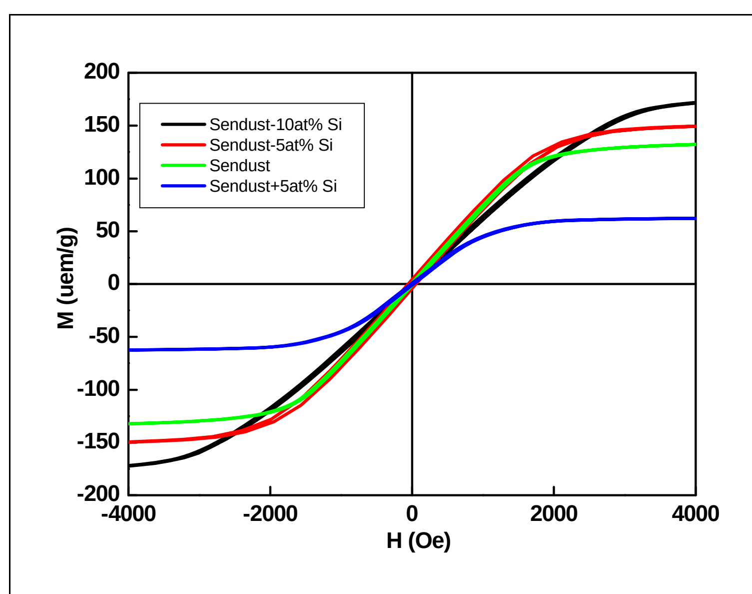


Figure 8.a. Cycle d'hystérésis pour les échantillons en teneur variable de

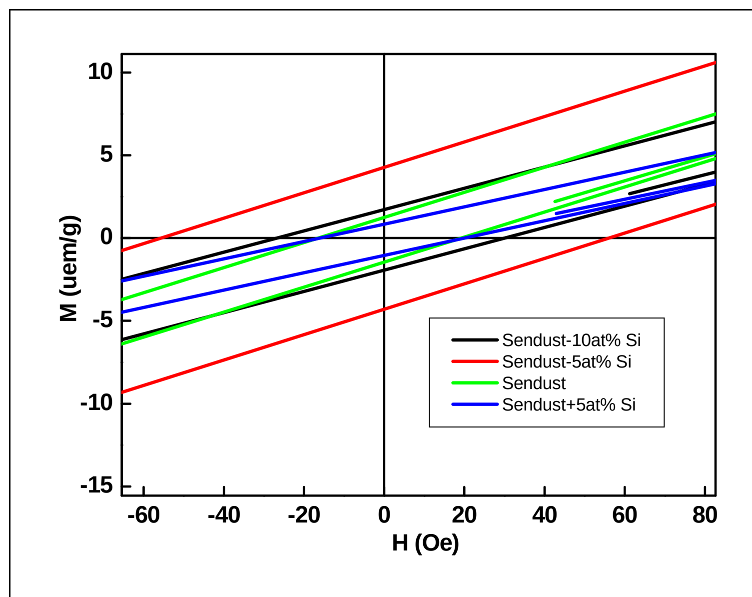


Figure 8.a.2. Zoom du cycle d'hystérésis pour les échantillons en teneur variable de Si

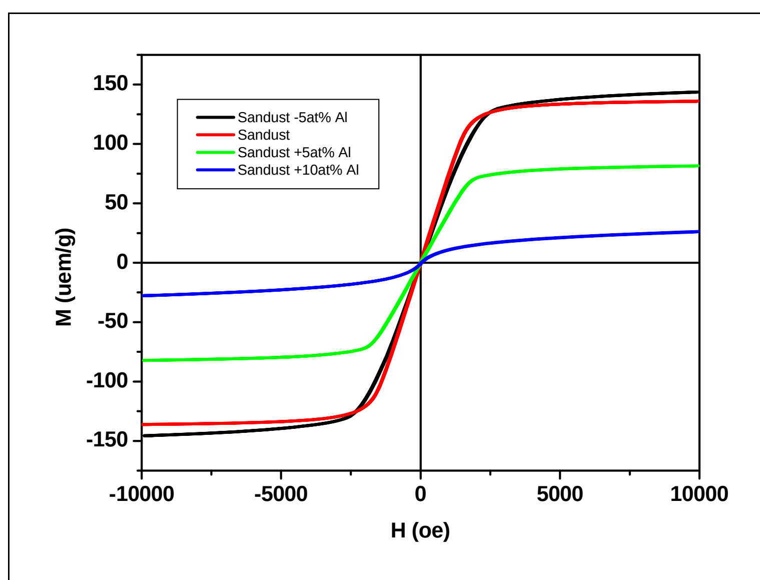


Figure 8.b.1. Cycle d'hystérésis pour les échantillons en teneur variable de Al

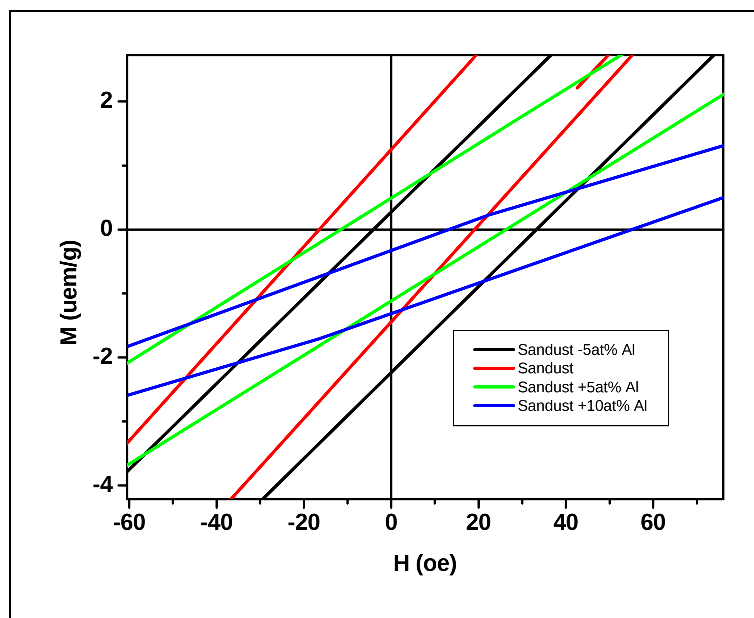


Figure 8.b.2. Zoom du cycle d'hystérésis pour les échantillons en teneur variable de Al.

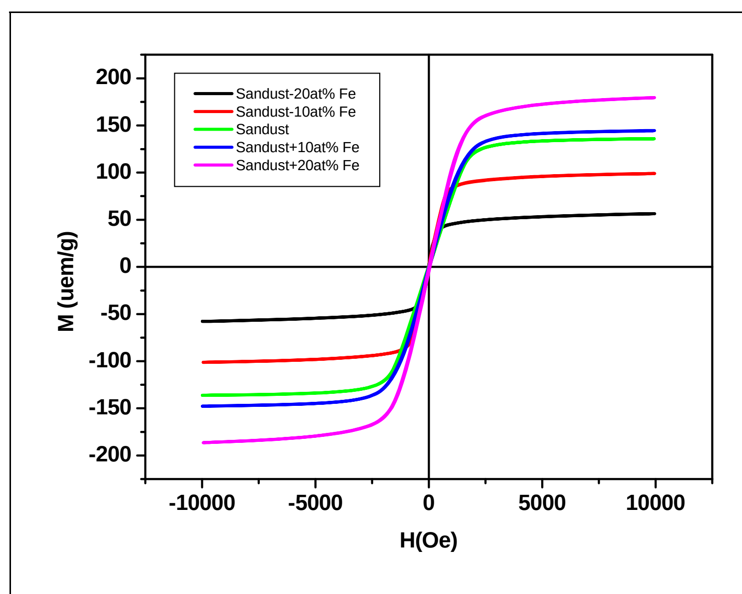


Figure 8.c.1. Cycles d'hystérésis pour les échantillons en teneur variable de Fe.

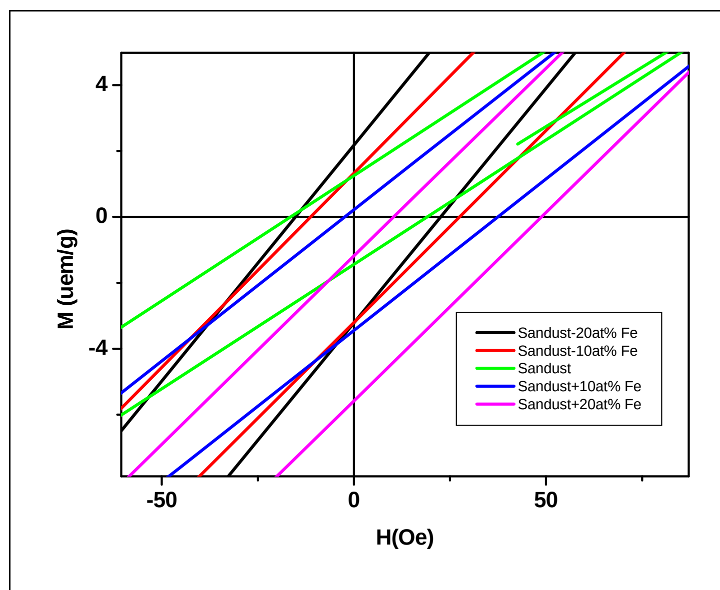


Figure 8.c.2. Zoom du cycle d'hystérésis pour les échantillons en teneur variable de Fe

	S-10at% Si	*S-5at% Si*	*S*	*S+5at% Si*
Ms (uem/g)	*180,1*	*152,37*	***135,97***	*63,89*
Mr (uem/g)	*1,8*	*4,28*	***1,35***	*0,9*
Hc (Oe)	*30,16*	*55,72*	***18***	*18*
μ_r	*439*	*551*	***519***	*347*
Mr/Ms	*0.01*	*0.03*	***0.01***	*0.01*

Tableau 2. Paramètres magnétiques des échantillons en teneur variable en Si

	S-5at% Al	*S*	*S+5at% Al*	*S+10at% Al*
Ms (uem/g)	*143,70*	***135,97***	*81,55*	*26,19*
Mr (uem/g)	*1,25*	***1,35***	*0,8*	*0,49*
Hc (Oe)	*18.654*	***18***	*18.926*	*20.921*
μ_r	*700*	***519***	*454*	*126*
Mr/Ms	*0,01*	***0,01***	*0,01*	*0,02*

Tableau 3. Paramètres magnétiques des échantillons en teneur variable en Al

	S-20at% Fe	*S-10at% Fe*	*S*	*S+10at% Fe*	*S+20at% Fe*
Ms (uem/g)	*57,11*	*100,1*	***135,97***	*146,11*	*182,88*
Mr (uem/g)	*2,69*	*2,27*	***1,35***	*1,83*	*2,20*
Hc (Oe)	*18.886*	*19.382*	***18***	*19.93*	*19.230*
μ_r	*983*	*930*	***519***	*928*	*1057*
Mr/Ms	*0,05*	*0,02*	***0,01***	*0,01*	*0,01*

Tableau 4. Paramètres magnétiques des échantillons en teneur variable en Fe

Les figures 8 montrent les cycles d'hystérésis des compositions Fe-Al-Si étudiées à 25°C. Tous les échantillons présentent un comportement ferromagnétique avec des cycles d'hystérésis sigmoïdaux qui sont habituellement observés dans des échantillons nano-structurés avec de petits domaines magnétiques (voir le zoom de chaque courbe). Les changements dans les propriétés magnétiques peuvent être attribués à l'évolution microstructurale subie par les poudres due aux différents processus qui semblent correspondre au mécanisme de mélange par diffusion continue [27,28].

La variation de l'aimantation à saturation M_S fournit un aperçu supplémentaire des processus qui se produisent pendant l'arc par fusion. La teneur en M_S diminue en ajoutant le Aluminium et le Silicium, tandis qu'elle augmente avec la teneur croissante de Fe (tableaux 2, 3 et 4). Comme l'aimantation à saturation est généralement considérée comme indépendante de la microstructure et dépend fortement de la composition chimique, la diminution de M_S est traduite par la dissolution progressive de Al et Si non ferromagnétiques dans le réseau Fe [29, 30]. Ainsi, les atomes de Al et Si diminue le moment magnétique des sites Fe individuels en raison d'une diminution des interactions ferromagnétiques entre les sites Fe-Fe [31] par la modification de la structure en bande 3d, responsables du ferromagnétisme, à travers les électrons apportés par l'addition d'éléments non magnétiques (Al, Si). Les électrons de valence apportés par Si ou Al occupent des états vides d'atomes de Fe, réduisant ainsi M_S.

Les paramètres structuraux sensibles, l'aimantation rémanente (***Mr***) et la coercivité (***Hc***) sont influencés par la taille des grains, les contraintes internes et la composition de la phase. La rémanence (Mr) est un paramètre indicatif de la quantité d'aimantation que l'alliage ou le matériau est capable de stocker après l'application et le retrait d'un champ magnétique.

Il est à noter que la taille des cristallites pour tous les échantillons est inférieure à la longueur d'échange magnétique des alliages à base du Fer qui est de ***L_{EX} =20-30nm*** [32], ce qui probablement la cause de saturation observée en champ coercitif autour 18-20,92 Oe. Comme la taille des grains approche la longueur d'échange qui est de 35 nm, l'anisotropie magnétocristalline moyenne des cristallites orientés de manière aléatoire n'offre aucune résistance aux parois de Bloch et la coercivité approche la faible valeur caractéristique des alliages ferromagnétiques amorphes.

Néanmoins ; les échantillons A (S-5at%Si) et B (S-10at%Si) indiquent un champ coercitif très grand par rapport aux reste des échantillons, ce qui peut être traduit par une ségrégation local de l'un des éléments de (Al, Si) au joints de grains. Cette dernière supposition est confirmée par le décalage important des rapports Al/Fe et Si/Fe dans la solution solide par rapport à la composition initiale (sur la base d'une estimation à partir du

tableau 1). Ainsi, cette augmentation peut être liée à l'effet de déformation plastique et par conséquent à l'introduction de déformations internes ainsi que de différents types de défauts, qui servent de points piégeage pour le mouvement de la paroi de domaine magnétique. Une augmentation de l'anisotropie magnétique, due à la forme non sphérique des particules et / ou des irrégularités de surface, était probablement une autre raison de l'augmentation de la coercivité.

Le rapport ***Mr/Ms*** est essentiellement une mesure du carré de la boucle d'hystérésis (M-H) est lié au niveau des interactions inter-grains. Tous les échantillons traités par l'arc ont un rapport (Mr / Ms) compris entre 0,01 et 0,05 ce qui est beaucoup moins que celui d'une particule à un seul domaine. Le modèle de Stoner-Wolfarth [33] prédit que dans les particules à un seul domaine avec une anisotropie uni axiale, la rémanence réduite est de l'ordre de ***Mr/Ms = 0.5***.

Références

[1] Suryanayarana C, Mechanical alloying and milling, Prog. Mater. Sci. 46 (2001) 1–184.

[2] H. Gleiter, Nanostructured materials: basic concepts and microstructure, Acta Materialia. 2000. 48. 1-29.

[3] T.B. Massalski (Ed.). Binary Alloy Phase Diagrams. ASM International. OH

[4] Takahashi M. Magnetic Properties of Iron-Silicon-Aluminium Alloy Single Crystals. (in Japanese). Kotai Butsuri. 1986; 21, 259-273.

[5] Ghosh G. Al-Fe-Si system. In: Light Metal Ternary Systems: Phase Diagrams, Crystallographic and Thermodynamic Data. Volume 11A2; series Landolt-Börnstein 2005 - Group IV Physical Chemistry; 359-409

[6] Chang Y.J. An Electron Microscopic Investigation of Order-Disorder Transformation in a Fe-Si-Al (SENDUST) Alloy and its Dislocation Configurations. Acta Metallica. 1982; 30, 1185-1192.

[7] Morris D.G. Gunther S. Order-Disorder Changes in Fe_3Al Based Alloys and the Development of an Iron-Base α-α'' Superalloy. Acta materialia. 1996; 44 (7), 2847-2859 .

[8] Isonishi K. Tokizane M. Journal of The Japan Institute of Metals. 1986; 50, 575. (Article en japonais)

[9] Huyan F. Larker R. Rubin P. Hedström P. Effect of Solute Silicon on the Lattice Parameter of Ferrite in Ductile Irons. ISIJ International. 2014 ; 54 (1), pp. 248–250.

[10] Selisski. Ya P. The Lattice Spacing of Solid Solutions of Fe, Si and Al Rich in Fe (in Russian). Zh. Fiz. Khim. 1946; 20, 597-604 .

[11] Sato H. Yamamoto H. The Behaviours of Fe-Al, Fe-Si and Fe-Al-Si Alloys Considered from the Standpoint of Ferromagnetic Supperlattice. Journal of the Physical Society of Japan. 1951; 6, 65-66.

[12] Williamson G.K. Hall W.H. X-Ray line broadening from filed aluminium and wolfram. Acta Mettalurgica. 1953; 1, 22–31.

[13] Schwarz R.B. Shen T.D. Harms U. Lillo T. Soft ferromagnetism in amorphous and nanocrystalline alloys. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2004; 12, 283 (2-3), 223-230. doi:10.1016/j.jmmm.2004.05.026

[14] Kalita M.P.C. Structural analysis of mechanically alloyed nanocrystalline $Fe_{75}Si_{15}Al_{10}$ powders. Materials Letters. 2007 February; 61 (3), 824-826.

[15] Moroni A E. G. Wolf W. Hafner J. Podloucky R. Cohesive, structural, and electronic properties of Fe-Si compounds. Physical Review B. 1999; 59 (20), 12860. DOI:https://doi.org/10.1103/PhysRevB.59.12860

[16] Busse H. Kandler J. Eltester B. Wandelt K. Castro G. R. Hinarejos J. J. Segovia P. Chrost J. Michel E. G. Miranda R. Metastable iron silicide phase stabilized by surface segregation on Fe3Si(100). Surface Science, 1997 June; 381(2–3), 133-141

[17] Senno H. Yanagiuchi Y. Satomi M. Hirota E. Hayakawa S. newly developed Fe-Si-Al alloy heads by squeeze casting. IEEE Transactions on Magnetics. 1977; 13 (5), 1475-1477. DOI: 10.1109/TMAG.1977.1059612

[18] Yanagitani A. Murakami M. Yanagimoto M. Tanaka Y. J. the Japan Institute of Metals. 1991; 30 , 551. (paper in Japanese).

[19] Murakami M. Kanazawa R. Yanagitani A. Tanaka Y.Characteristics of Fe-9.6%Si-5.4%Al Alloy Produced By Metal Injection Molding with Gas-atomized Powder. Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy.1991; 38 (6), 820-823.

[20] Imaida Y. Hot isostatic pressing of sendust metal powders. Material research bulletin. 1992; 27, 661-668.

[21] Saravanan R. Sellamuthu R. Determination of the Effect of Si Content on Microstructure, Hardness and Wear Rate of Surface-refined Al-Si Alloys. Procedia Engineering. 2014; 97, 1348-1354.

[22] Guérault H. Greneche J.M. Microstructural modeling of nanostructured fluoride powders prepared by mechanical milling. Journal of Physics Condensed Matter. 2000. 12 (22). 4791-4798. doi: 10.1088 / 0953-8984 / 12/22/311

[23] BULLETIN NO.KMC-S1. MAGNETICS BUTLER, PA (USA). 1999, 7. https://www.mag-inc.com/Media/Magnetics/File-Library/Product%20Literature/Powder%20Core%20Literature/kmc-s1.pdf?ext=.pdf. Date d'accès : 01/01/2017.

[24] Besnus M.J. Herr A. Meyer A.J.P. Magnetization of disordered cold-worked Fe-Al alloys up to 51 at.% Al. Journal of Physics F: Metal Physics. 1975; 5 (11), 2138-2147. http://iopscience.iop.org/article/10.1088/0305-4608/5/11/026

[25] Makhlouf S.A. Shiga M. Sumiyama K. Mossbauer study on non equilibrium disordered Fe-Al alloys produced by DC sputtering. Journal of Physics Society. Japan. 1991; 60, 3537-3542.

[26] Yu S. Dan'kov. Tishin A. M. Magnetic phase transitions and the magnetothermal properties of gadolinium. PHYSICAL REVIEW B. 1998 February. 57 (6). 3478-3490

[27] C. Suryanarayana, Mechanical alloying and milling, Prog. Mater. Sci. 46 (2001) 1–184.

[28] L. Takacs, Self-sustaining reaction induced by ballmilling, Prog.Mater. Sci. 47 (2002) 355–414.

[29] R. Chater, M. Bououdina, D. Chaanbi, H. Abbas, Synthesis and magnetization studies of nano powder Fe70Ni20Cr10 alloys prepared by high energy milling, J. Solid State Chem. 201 (2013) 317–323

[30] M. Mhadhbi, M. Khitouni, L. Escoda, J.J. Suñol, M. Dammak,Microstructure evolution and mechanical properties of nanocrystalline FeAl obtained by mechanical alloying and cold consolidation, J. Alloy. Compd. 509 (2011) 3293–3298.

[31] Y. Jiraskova, J. Bursik, O. Zivotsky, J. Cuda, Influence of Fe2O3 on alloying and magnetic properties of Fe–Al, Mater. Sci. Eng. B 186 (2014) 73–78.

[32] B. Zuo, N. Saraswati, T. Sritharan, H.H. Hng, Mater. Sci. Eng. A 371 (2004) 210.

[33] A.H. Morrish, The Physical Principles of Magnetism, Wiley, New York, 1965.

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Ce travail a permis d'achever à plusieurs résultats, qui font du processus Arc Melting un procédé prometteur pour l'élaboration des matériaux sendust à haute performance.

Les matériaux sendust préparés par arc-melting présentent une très faible porosité (moins de 5%) à cause de la température très élevée pendant le processus d'élaboration par arc à fusion.

Il a été également trouvé que l'ajout de Si diminue le paramètre cristallin et augmente les micro déformations, l'ajout de 5at% Si provoque l'apparition de la phase $DO_3(FeAl_{0,3}Si_{0,7})$. La variation de la teneur en Al et Fe autour de la composition standard a une influence non monotone sur le paramètre de réseau et les micros déformations. La micro dureté HV dépend du teneur en Si et Fe, qui ont un une influence inverse du fait que le Si augmente La micro dureté HV et le Fer la diminue.

La variation de la susceptibilité magnétique à la température ambiante et à champ de 10 $\boldsymbol{mT}$ en fonction de la composition est toujours gouverné par le type d'environnement de l'espèce prédominant le Fer, qui a un moment magnétique positif contrairement aux Al et Si qui contribue inversement (diminue la susceptibilité). Quant à la variation de la susceptibilité magnétique, en fonction de la température dans l'intervalle 25-225°C, pour les compositions en différentes teneurs en Si, elles suivent un fit exponentiel décroissant, avec des paramètres de saturation et de vitesses pertes supérieures aux poudres industrielles KOOL MU fournies par la compagnie américaine MAGNETICS (BUTLER, PA, USA). Les compostions en teneur variable en Al et Fe, montrent une stabilité de la susceptibilité magnétique, cependant les compositions Sendust+10at% Al et Sendust -20at% Fe indique une chute rapide après 100°C, en indiquant des température de Curie de 168°C et 230°C respectivement. D'après la courbe de la susceptibilité, la composition Sendust -20at% Fe manifeste une transition de phase à 168°C.

Les cycles d'hystérésis magnétique à température ambiante, manifestent un comportement lié toujours au type d'environnement de Fe ; que ce soit l'aimantation de saturation, le champ coercitif, l'aimantation rémanente. Tous les matériaux présentent un comportement ferromagnétique.

PERSPECTIVES:

Ce travail sera complété par :

1. Une étude des paramètres magnétiques à basse température (susceptibilité et cycles d'hystérésis).
2. Investigation de la perméabilité dynamique (en fonction de la fréquence du et de l'intensité du champ magnétique)
3. Une étude des propriétés mécanique telles que le module de Young, Coefficient de Poisson par la méthode acoustique ainsi que par nano indentation.

Annexe

Tableau 1. Données cristallographiques des phases solides [1]

Phase/ Domain T[°C]	symbole de Pearson / groupe d'espace/ Prototype	les paramètres de mailles [pm]	Références / Commentaires
(Al) ≤ 660.452	cF4 Fm3m Cu	a = 404.88	Al pure Al à 24°C [V-C]
(αFe) ≤ 1538	cI2 Im3m W	a = 286.65	Fe pure à 20°C [V-C]
(Si) ≤ 1414	cF8 Fm3m C-diamant	a = 543.088 a = 542.86	à 20°C et pureté de 99.999 at.% [V-C] à 20°C et pureté de 99.97 at.% [V-C]
α_1, Fe_3Al ≤ 552.5	cF16 Fm3m BiF_3	a = 578.86 à 579.3	[2], le domaine de solubilité solide est de 22.5 à 36.5 at. % Al
α_2, FeAl ≤ 1310	cP2 Pm3m CsCl	a = 289.76 à 290.78	[2], en température ambiante Solubilité solide est de 22.0 à 54.5 at.% Al
ε, Fe_2Al_3 1102-1232	cI16?	a = 598.0	[2], le domaine de solubilité solide est de 54.5 à 62.5 at. % Al
$FeAl_2$ ≤ 1156	aP18 P1 $FeAl_2$	a = 487.8 b = 646.1 c = 880.0 α = 91.75° β = 73.27° γ = 96.89°	[2], à 66.9 at.% Al la solubilité solide est de 65.5 à 67.0 at.% Al
η, Fe_2Al_5 ≤ 1169	oC24 Cmcm	a = 765.59 b = 641.54 c = 421.84	[2], at 71.5 at.% Al la solubilité solide est de 71.0 à 72.5 at.% Al.
Fe_4Al_{13} ≤ 1160	mC102 C2/m Fe_4Al_{13}	a = 1552.7 à 1548.7 b = 803.5 à 808.4 c = 1244.9 à 1248.8 β = 107.7 à 107.99° a = 1549.2 b = 807.8 c = 1247.1 β = 107.69°	[2], 74.16 to 76.7 at. % Al la solubilité solide est de 74.5 à 75.5 at% Al [2], at 76.0 at.% Al. Notée également $FeAl_3$ or Fe_2Al_7
α_1, Fe_3Si ≤ 1235	cF16 Fm3m BiF3	a = 565.54	[V-C]; 11.0 à 30.5 at% Si [3]
α_2 ≤ 1280	cP2 Pm3m CsCl	-	10.0 to 23.5 at% Si [3]
Fe_2Si 1212-1040	hP6 $P6_3/mmc$ Fe_2Si	a = 405.2 c = 508.55	[V-C]; 33.0 à 34.5 at% Si [3]
Fe_5Si_3 1060-825	hP16 $P6_3/mmc$ Mn_5Si_3	a = 675.52 c = 471.74	[V-C]
FeSi	cP8	a = 448.91	[V-C]; 49.0 à 51.0 à.% Si [3]

≤ 1410	$P2_13$ FeSi		
$FeSi_2$(h) 1220-937	tP3 P4/mmm $FeSi_2$	a = 269.5 c = 509.0	[V-C]; 69.5 à 73.0 at% Si [3]
FeSi2(r) ≤ 982	oC48 $FeSi_2$	a = 986.3 b = 779.1 c = 783.3	[V-C]
* τ_1/τ_9, $Fe_3Al_2Si_3$	- aP16 P1 $Fe_3Al_2Si_3$	- a = 465.1 b = 632.6 c = 749.9 α = 101.37° β = 105.92° γ = 101.23° a = 462.3 b = 637.4 c = 759.9 α = 102.81° β = 105.6° γ = 100.85° a = 469.1 b = 632.5 c = 751.1 α = 100.6° β = 105.5° γ = 101.78° a = 468.7 b = 633.1 c = 751.9 α = 100.43° β = 105.44° γ = 101.63°	[4], susceptible de correspondre à la phase E de [5] et [6]. La phase D de [6] et τ_9 de [7]. [8], $Fe_3Al_2Si_3$ recuit à 600 ° C [9], à $Fe_{38.2}Al_{29}Si_{32.8}$ [9], à $Fe_{38}Al_{35}Si_{27}$ [9], à $Fe_{37}Al_{41}Si_{22}$
*τ_2, γ-AlFeSi, $Fe_2Al_5Si_2$	- c** mC* m**	- a = 1603.23 a = 890.0 b = 1025.0 c = 1780.0 β = 132.0° a = 889.3 b = 1018.8 c = 1766.9 β = 132.18° a = 420.0 b = 760.0 c = 1533.0 β = 89.0°	à $Fe_6Al_{12}Si_6$ [4] [10], d'un alliage Al-35.3 masse% Fe-12.8 masse% Si [11], $Fe_{19.4-23}Al_{59-61.4}Si_{27.6-15.6}$ est susceptible de correspondre à la phase K de [5] et [6] [9], à $Fe_{22}Al_{60}Si_{18}$ [5], [6]. La phase K à $Fe_{22}Al_{63-52}Si_{15-26}$. recuite à 600°C.
*τ_3,	-	-	[4], susceptible de correspondre à la

$Fe_5Al_9Si_5$, $FeAl_2Si$	oC128 Cmma $FeAl_2Si$	a = 768.0 b = 1530.0 c = 1600.0 a = 726.2 b = 1551.2 c = 1550.6 a = 795.8 b = 1517.8 c = 1523.7	phase G de [5] et [6] [5],[6], la phase G à $FeAl_2Si$. Recuite à 600 ° C. [9], at $Fe_{25}Al_{55}Si_{20}$ [9], at $Fe_{25}Al_{50}Si_{25}$
*τ_4, δ-AlFeSi, $FeAl_3Si_2$	tI24 I4/mcm $PdGa_5$	a = 607.0 c = 950.0 a = 612.23 c = 947.91 a = 612.0 c = 953.0 a = 606.1 c = 952.5 a = 608.74 c = 951.36	[4], at FeAl3Si [12], recuit à 800°C pour 14 h et trempée à l'eau [13], un allaige Al-15% Fe-20 % Si (en masse) [5], [6], la phase A à $FeAl_{2.76}Si_{2.24}$. recuit à 600°C. [5], [6], la phase A à $FeAl_{3.35}Si_{1.65}$ recuit à 600°C. [9], at $Fe_{16.9}Al_{49.5}Si_{33.3}$ monophasée à 700°C.
*τ_5, α-AlFeSi, $Fe_2Al_{7.4}Si$ $Fe_{46}(Al_{0.875}Si_{0.125})_{200-x}$ $x \approx 7$	- hP245 $P6_3/mmc$ $Fe_2Al_{7.4}Si$	- a = 1240.4 c = 2623.4 a = 1240.56 c = 2623.6 a = 1239.4 c = 2621.0 a = 1239.2 c = 2619.3 a = 1241.0 c = 2626.4 a = 1230.0 c = 2620.0 a = 1240.06 c = 2622.41 a = 1238.9 c = 2625.5	[4], at $Fe_6Al_{15}Si_5$ [14], at $Fe_{1.9}Al_{7.1}Si$. Likely to correspond to the M-phase of [5] and [6]. [15], at $Fe_{2.1}Al_{7.6}Si$. Annealed at 600°C for a month. [15], 9.5 ± 5 mass% Si in τ_5. Annealed at 600°C for a month. [15], 9.0 ± 5 mass% Si in τ_5. Annealed at 600°C for a month. [15], 7.0 ± 4 mass% Si à τ_5 recuite àt 600°C pendant un mois. [11] [16], à $Fe_{19.2}Al_{71.2}Si_{9.6}$ [9], à $Fe_{19}Al_{69}Si_{12}$

		a = 1239.86 c = 2621.9	[9], à $Fe_{18}Al_{71}Si_{11}$
*τ_6, β-AlFeSi $Fe_2Al_9Si_2$	- C2/c mC52 $Fe_2Al_9Si_2$	- a = 612.23 b = 612.23 c = 4148.36 β = 91.0° a = 612.23 b = 612.23 c = 4148.36 β = 91.0° a = 612.2 b = 612.2 c = 4148.4 β = 91.0° a = 2081.3 b = 617.5 c = 616.1 β = 90.42° a = 615.59 to 620.89 b = 616.87 to 619.78 c = 2076.7 to 2081.2 β = 90.1° to 90.6° a = 2079.7 b = 616.9 c = 616.87 β = 90.01° a = 2082.7 b = 616.6 c = 616.71 β = 90.01	[4], à $FeAl_4Si$ [13], $Fe_2Al_9Si_2$. la comomposition peut varier de 27.2 à 27.4 masse% Fe et 13.5 to 13.6 masse% Si, susceptible de correspondre à la phase L de [5] et [6]. [17] [18] [19] [16] [9], à $Fe_{15}Al_{68.5}Si_{16.5}$ [9], à $Fe_{15}Al_{69}Si_{16}$
* τ_7, $Fe_{22}Al_{40}Si_{38}$ $Fe(Al_{0.5}Si_{0.5})_3$	$P2_1/c$ mP64 $Fe_2Al_3Si_3$	- a = 717.9 b = 835.4 c = 1445.5 β = 93.8	[5], [6], la phase B. Recuit à 600°C. [20] à 800°C

		a = 718.9 b = 831.7 c = 1454.2 β = 93.48	[9] à $Fe_{25.3}Al_{45}Si_{29.7}$
* τ_8, $Fe_3Al_2Si_4$, $Fe(Al_{0.33}Si_{0.67})_2$	oC36 Cmcm $Fe_3Al_2Si_4$	- a = 366.8 b = 1238.5 c = 1014.7 a = 366.7 b = 1236.2 c = 1014.0	[5], [6], la phase C. $Fe_{32}Al_{38}Si_{30}$ recuite à 600°C. [8], à $Fe_3Al_2Si_4$ recuite à 500°C [9]
* τ_{10}, $Fe_5Al_{12}Si_3$ $Fe(Al_{0.8}Si_{0.2})_3$	*hP26 or* *hP28* *$P6_3$/mmc* *Mn_3Al_{10} or* *Co_2Al_5*	a = 752.6 c = 763.2 a = 750.9 c = 759.4 a = 1551.8 c = 729.7	[5], [6], la phase F dans l'échantillon de coulée. La structure cristalline de la phase F après un recuit à 600 ° C est différente de celle dans les échantillons de coulée brute. [21], at $Fe_{1.7}Al_4Si$ [9], at $Fe_{25}Al_{60}Si_{15}$

Tableau 2: Classification des phases métastable basée sur le système cristallin

Phase	Composition (masse%)			Paramètres de réseau [pm]	Références
	Fe	Al	Si		
μ_1 Cubique	25.4 31.9 27.3 - 30.2- 32.8 31.9 - 31.1 - 29.2-30.7 - -	49.1 62.5 65.7 - 58.1- 60.0 61.7 - 60.8 - 61.0-64.2 - -	25.5 5.6 7.0 - 11.7- 7.2 6.4 - 8.1 - 9.8- 5.1 - -	- *a* = 1254.83 *a* = 1254.83 *a* = 1254.53 *a* = 1254.8 *a* = 1256.0 *a* = 1250 to 1270 *a* = 1250±10 *a* = 1260.0 *a* = 1250 *a* = 1256.0 *a* = 1250 *a* = 1250	[22] [13] [10] [17] [18] [23] [11] [24] [25] [26] [27] [28] [29]
μ_2 Tétragonale	- -	- -	- -	a = 495.0 c = 707.0 a = 1260.0 c = 3720.0	[30] [31]
μ_3 Orthorhombique	- 29.2 30.9-32.5	- 59.5 65.4-63.3	- 11.3 3.7- 4.2	*a* = 609.0 *b* = 996.0 *c* = 374.0 *a* = 4360.0 *b* = 4960.0 *c* = 7080.0 *a* = 1300.0 *b* = 3600.0 *c* = 1260.0	[32] [10] [11] [33]
μ_4	27.0-19.0	73.0-78.0	0.0- 3.0	*a* = 890.0	[34]

Rhomboédrique	- -	- -	- -	α= 111.8° *a* = 2082.0 α = 95.2° *a* = 2080.0 α = 95.2	[27] [28]
μ_5 Héxagonale	- 29.2 27.0-19.0 - -	- 59.5 73.0-78.0 - -	- 11.3 0.0-3.0 - -	*a* = 836.0 *c* = 1458.0 *a* = 496.0 *c* = 702.1 *a* = 1470.0 *c* = 780.0 *a* = 1776.0 *c* = 1088.0 *a* = 1776.0 *c* = 1088.0	[32] [10] [11] [34] [27] [28]
μ_6 Monoclinique	32.1-32.7 34.1 - 31.6-27.0 30.6-29.9	59.5-57.0 65.5 - 63.1-63.5 64.2-62.6	8.4-10.3 < 0.5 - 5.3- 9.5 5.2- 7.5	- a = 869.0 ± 6 b = 635.0 ± 2 c = 632.0 ± 6 β = 93.4 ± 0.5° a = 890.0 b = 490.0 c = 4160.0 β = 90.0° a = 847.0 b = 635.0 c = 610.0 β = 93.4° a = 2810.0 b = 3080.0 c = 2080.0 β = 97.74°	[35] [25] [31] [36] [26]
μ_7	-	-	-	*a* = 688.0 *b* = 593.0 *c* = 432.0 α = 104.75° β = 130.67° γ = 68.4°	[32]

Tableau 3: Chronologie des phases ternaires du système Al-Fe-Si [1]

Auteur	Désignation de phase	Composition (masse%) Al Fe Si	Commentaires
[37]	χ,β,δ,ζ	- - -	Alliages ternaires jusqu'à ~ 20% de Fe et 30% de Si (% en masse) ont été étudiés. La phase ζ est une solution solide de Fe,Al,Si
[38]	α (Fe-Si) β (Fe-Si)	30.0-62.0-8.0 27.0-68.0-15.0	Alliages ternaires jusqu'à 41% de Fe et 29% de Si (% en masse) ont été étudiés en utilisant Al (pureté 99,95%) recuit pendant 1-5 semaines à 560 ° C. Ces deux espèces de cristal ont été signalées à être des solutions solides ternaires plutôt que des

			composés ternaires. Rapporté à former une partie de la section avec Fe_4Al_{13} et β(Fe-Si).
[39]	α (Fe-Si) β (Fe-Si)	30.3-61.4-8.3 27.3-57.7-15.0	Les alliages et les traitements thermiques étaient les mêmes que [38]. Ils ont supposé que α(Fe-Si) était une solution solide de Si dans Fe_4Al_{13}.
[40]	$Fe_2Al_6Si_3$	31.3-45.2-23.5	Formé par une réaction péritectique.
[41] [42]	$Fe_2Al_3Si_2$ P	44.9-32.5-22.6 - - -	$Fe_2Al_3Si_2$ a été rapporté autour de la composition Al-32Fe-30Si (% en masse). La phase χ n'a pas été davantage étudiée.
[43]	$Fe_2Al_6Si_3$	- - -	
[32]	$FeAl_4Si_2$ Hexagonal Orthorhombic Triclinic	27.2-47.6-25.2 - - - - - - - - -	DRX, des mesures goniométriques et dilatométriques ont été réalisées dans des alliages ternaires jusqu'à 40% de Fe et 30% de Si (% en masse). Les compositions hexagonale (a = 836, c = 1458 pm), orthorhombique (a = 609, b = 996, c = 374 pm) et triclinique (a=688, b=593, c=432 pm, α= 104.75°, β=130.67°, γ=68.4°) n'ont pas été déterminées. Quant à la phase $FeAl_4Si_2$, elle a une structure quadratique (a = 615, c = 947 pm).
[22]	FeAlnSi n = 4 n = 5 $FeAl_4Si_2$	 29.1-56.3-14.6 25.6-61.6-12.8 25.4-49.1-25.5	Une étude par microscopique et XRD a été éffectuée sur des alliages jusqu'à 10% de Fe et 25% de Si (% en masse). Les densités de $FeAl_5Si$ et $FeAl_4Si_2$ ont été signalés à être 3,35 et 3,30 $g.cm^{-3}$, respectivement. $FeAl_4Si_2$ se révèle d'avoir une structure cubique.
[44]	β γ	- - - - - -	Selon ces auteurs β et γ sont formés par réaction péritectique, on n'a pas déterminé la composition, elles sont des solutions solides.
[4]	K_1:$Fe_3Al_3Si_2$ K_2:$Fe_6Al1_2Si_5$ K_3:$Fe_5Al_9Si_5$ K_4:$FeAl_3Si_2$ K_5:Fe_6Al1_5Si 5 K_6:$FeAl_4Si$	55.0-26.6-18.4 41.9-40.5-17.6 42.2-36.7-21.1 28.9-41.9-29.2 38.1-46.0-15.9 29.1-56.3-14.6	Ces auteurs ont rapporté six phases ternaires (K_1 à K_6) formées par des réactions péritectiques.
[45]	α (Fe-Si) β (Fe-Si)	- - - - - -	Des alliages ternaires jusqu'à 12% en masse de Fe et 6% en masse de Si ont été étudiés.
[13]	c-FeAlSi m-FeAlSi t-FeAlSi	31.9-62.5-5.6 27.2-59.3-13.5 27.8-58.2-14.0 - - -	Des alliages jusqu'à 42% de Fe et 30% de Si (% en masse) ont été étudiés. c-FeAlSi est cubique (a = 1254,83 pm), le m-FeAlSi est monoclinique (a = b = 612,23 c = 4148,36 pm, β = 91 °) et le t-FeAlSi est quadratique

			(a = 612,23, c = 947,91 pm).
[35]	α (Fe-Si) β(Fe-Si)	32.1-59.5-8.4 32.7-57.0-10.3 26.7-59.5-13.8 27.3-57.8-14.9	Des analyses chimiques et XRD ont été effectuées sur des cristaux extraits. La structure cristalline de α(Fe-Si) a été rapportée pour être le même que Fe_4Al_{13}. β(Fe-Si) représente un composé ternaire distinct.
[30]	α(Fe-Si) β(Fe-Si) γ(Fe-Si) δ(Fe-Si)	30.6-59.1-10.3 27.2-59.1-13.7 28.9-41.9-29.2 - - -	150 alliages ternaires jusqu'à 45% de Fe et 30% de Si (% en masse) ont été étudiés par des méthodes thermoanalytiques, microscopiques et DRX. Le domaine d'homogénéité de ces phases ont été signalés à être faible. Stœchiométries approximatives de α (Fe-Si), β (Fe-Si), γ (Fe-Si), peuvent être représentés comme suit : $Fe_{1.5}Al_6Si$, $FeAl_{4.5}Si$, $Fe_{0.5}AlSi$ respectivement. Cette dernière a une structure quadratique (a = 495,0, c = 707,0 pm).
[10]	α_1 α_2 α_3	27.3-65.7-7.0 29.2-59.5-11.3 35.3-51.9-12.8	Des alliages jusqu'à 20% de Fe et 50% de Si (% en masse) ont été étudiés. Des mesures XRD et Microscopiques ont été effectuées pour caractériser les phases dans les alliages de coulés. Les structures cristallines de α_1, α_2 et α_3 ont été rapportés pour être cubique (a = 1254,83 pm), hexagonale (a = 496, c = 702,11 pm) ou orthorhombique (a = 4,360, b = 4,960, c = 7,080 pm) et cubique (a = 1603,23 pm) respectivement. Les densités étant de 3,50, 3,58 et 3,65 $g.cm^{-3}$ respectivement.
[46]	α-FeAlSi	32.5-58.8-8.7	Des monocristaux de α-FeAlSi, préparés par [1951Pra1] et [35] ont été étudiés par diffraction des rayons X. La structure cristalline et la densité ont été rapportés comme étant hexagonal (avec P63 / mmc symétrie et a = 1,230, c = 2,620 pm) et une sensité de 3,62 ± 0,02 $g.cm^{-3}$, respectivement.
[17]	c-FeAlSi t-FeAlSi m-FeAlSi	- - - - - - - - -	Les structures cristallines de c-FeAlSi, t-FeAlSi et m-FeAlSi ont été rapportés d'être cubique (a = 1254,23 pm), quadratique (a = 612,23, c = 948,94 pm) et monoclinique (a = b = 612,23 c = 4148,36 pm, β = 91°), respectivement. Ils correspondent à α (Fe-Si), β (Fe-Si) de [45] et γ de [37], respectivement.
[47]	Fe2Al9Si2	27.2-59.1-13.7	DRX a été effectuée sur les cristaux extraits de [1951Pra1]. La structure cristalline et la

			densité ont été rapportés d'être tétragonal (avec 4 / m et une symétrie = 618 ± 6, c = 4250 ± 50 pm) et 3,50 ± 0,1 $g.cm^{-3}$, respectivement.
[18]	α(Fe-Si) β(Fe-Si)	30.2-58.1-11.2 32.8-60.0-7.2 23.4-57.6-19.0 25.8-58.5-15.7	α(Fe-Si) a été obtenue en Al-5Fe- (3 à 7) Si (% en masse) qui a été trempée à l'eau après un recuit 615 à 620 ° C pendant 1 h, et β(Fe-Si) a été obtenue à aprtir des alliages Al -4Fe- (9 à 13) Si (% en masse) qui ont été subies une trempe après le même traitement thermique. Ces cristaux ont été extraits à partir d'alliages après avoir été soumis à différents traitements thermiques et ont été étudiées par XRD. Les spectres obtenues à partir de ces deux phases étaient presque les mêmes que c- FeAlSi et m-FeAlSi de [13]. Les paramètres de maille de α(Fe-Si) and β(Fe-Si) étaient a = 1254,8 pm; et a = b = 612.2pm, c = 4148,4 pm, et β = 91°, respectivement.
[48]	α(Mn, Fe)AlSi	- - -	Trouvé dans l'alliage commerciale forgé 2024.
[49]	$FeAl_5Si$	- - -	Formé dans un alliage Al-1,5% en masse Si plaqué avec Fe et recuit à 500 ° C. La phase ternaire a été identifiée par des techniques de rayons X et de diffraction d'électrons.
[23]	α-FeAlSi	31.9-61-7 6.4	Une étude par DRX de ces cristaux a abouti à une structure cubique avec a = 1 256 pm, 138 atomes / cellule et une symétrie Im3. La composition des cristaux était proche de $Fe_5Al_{20}Si_2$ et la densité était ~ 3,59 ± 0,06 $g.cm^{-3}$.
[11]	α-CrFeAlSi α-FeAlSi β-FeAlSi γ-FeAlSi δ-FeAlSi	- - - - - - - - - 33.0-54.0-13.0 38.0-43.5-18.5 - - -	Des alliages contenant jusqu'à 22% en masse (Fe + Si) ont été coulés à 0,75 ° C / min. Les phases ont été analysées par des rayons X et de diffraction d'électrons. Les structures cristallines de α-CrFeAlSi, α-FeAlSi et γ-FeAlSi ont été signalées à être cubique (a = 1250 à 1270 pm), hexagonale (a = 1230, c = 2620 pm) et monoclinique à face centrée (a = 1780 ± 10, b = 1,025 ± 5, c = 890 ± 17 pm, β=132°), respectivement. La "cubique" (a = 1 603 pm) α3 de [10] a été indexée sur la base de cette cellule monoclinique. δ-FeAlSi a été signalée à être la même que α2 de [10].
[24]	α_1(FeAlSi) α_2(Fe2Al8Si)	31.1-60.8-8.1 30.0-62.6-7.4 33.0-56.0-11.0	50 alliages ternaires et quaternaires différents ont été analysés par DRX et de diffraction chimique. Les cristaux α_1 ont été

	α_3(FeAl3Si) β (FeAl5Si) δ ($FeAl_4Si_2$)	34.0-50.4-15.6 35.2-47.7-17.1 25.5-62.4-12.1 26.5-58.9-14.6 25.0-49,0-26.0 26.0-47.0-27.0	signalés pour contenir 1,05% de masse Mn. Les structures cristallines de α_1 et α_2 ont été rapportés pour être cubique (a = 1,250 ± 22 pm) et hexagonal, respectivement.
[12]	$FeAl_3Si_2$	28.9-41.9-29.2	L'alliage a été recuit à 800 ° C pendant 14 h et trempé à l'eau, ensuite analysé par diffraction des rayons X. La structure cristalline était quadratique (a = 607, c = 950 pm) de type PdGa5
[50]	$Fe_2Al_9Si_2$	- - -	Trouvé dans les alliages Al-11.17Si-0.4Fe-0.49Mg-9.8Si et Al-0.1Fe-0.4mg-7.5Si-0.1Ti (Mass%). Les cristaux extraits ont été analysés par DRX et microsonde. La composition du précipité comme indiqué par les auteurs ne correspond pas à 100.
[5], [6]	A: $Fe_{15}Al_{57-47}Si_{28-38}$ B: $Fe_{22}Al_{40}Si_{38}$ C: $Fe_{32}Al_{38}Si_{30}$ D: $Fe_{36}Al_{36}Si_{28}$ E: $Fe_{40}Al_{40}Si_{20}$ F: $Fe_{25}Al_{60}Si_{15}$ G: $Fe_{25}Al_{50}Si_{25}$ K: $Fe_{22}Al_{63-52}Si_{15-36}$ L: $Fe_{15}Al_{70}Si_{15}$ M: $Fe_{17}Al_{72}Si_{11}$	26.5-40.0-33.5 27.5-48.6-24.9 36.4-32.0-31.6 48.9-28.1-23.0 53.3-25.8-20.9 57.7-27.8-14.5 40.5-39.1-20.4 40.6-47.1-12.3 36.7-50.7-12.6 36.6-41.7-21.7 26.6-60.0-13.4 29.7-60.7-9.6	Les structures cristallines de $Fe_{25}Al_{60}Si_{15}$ et $Fe_{22}Al_{63}$-$_{52}Si_{15-36}$ ont été rapportés pour être orthorhombique (a=768, b=1,530, c =1,600 pm), hexagonale (a =752,6, c =763,2 pm) et monoclinique (a = 420, b=760, c=1 533 pm, β=89°), respectivement. Les structures cristallines des autres phases n'ont pas été signalées. La phase A a une structure cristalline hexagonale avec des paramètres de maille variant de (a = 630 ± 0,5, c = 941 ± 0,7 pm) pour $Fe_{15}Al_{57}Si_{28}$ et (a = 612 ± 0,5, c = 953 ± 0,7 pm) pour $Fe_{15}Al_{47}Si_{38}$. Dans les échantillons bruts de coulée, la phase F a une structure hexagonale, mais sa structure est différente après un recuit à 600 ° C.
[51]	$FeAl_5Si$ Fe_2Al_8Si	25.0-62.0-13.0 31.0-61.0-8.0	Ces deux phases ont été trouvés dans les alliages Al-Fe-Mn-Mg-Si. Les structures cristallines $FeAl_5Si$ et Fe_2Al_8Si ont été rapportés comme étant monoclinique (a = b = 612, c = 4,150 pm, β = 91 °) et hexagonal (avec une symétrie P63 /mmc et a = 1,230, c=2,630 pm), respectivement.
[14]	α-(FeAlSi)	32.5-58.8-8.7	Le cristal extrait de [35] a été analysé par diffraction des rayons X en utilisant les raies Mo-K_α, Fe- K_α et Cu- K_α. La structure cristalline a été reportée hexagonale (a = 1240,4 ± 0,1 ; c = 2623,4 ± 0,2pm) avec 44,9 atomes de Fe, 167,8 atomes de Al et 23,9 atomes de Si et la densité a été signalé à être 3.665 $g.cm^{-3}$.
[52]	β-FeAlSi	- - -	Trouvée dans un alliage Al-0,2% Fe-0,55%

	α'-FeAlSi	- - -	Mg-0,6%Si en masse. β-FeAlSi est présent dans l'alliage de coulée et il se transforme en α'-FeAlSi lors de recuit à 580 ° C pendant 1 h. Les structures cristallines de β-FeAlSi et α'-FeAlSi ont été rapportés comme étant monoclinique (a = b = 618, c = 2 080 pm, β = 91 °) et hexagonale (a = 1,230, c = 2,630 pm), respectivement.
[25]	α'-$Fe_5Al_{20}Si_2$ α-Fe_2Al_8Si Phase inconnue	- - - - - - 34.1-65.5-<0.5	Trouvée dans la bande de coulée Al-0,5% Fe-0,2% Si en masse. Les précipités ont été analysées par MET avec EDAX. Les structures cristallines de α'-$Fe_5Al_{20}Si_2$, α-Fe_2Al_8Si et les phases inconnues sont cubique (a = 1260 pm), hexagonale et monoclinique (a = 869 ± 6, b = 635 ± 2, c = 632 ± 18 pm, β = 93,4 ° ± 0,5 °, isomorphe avec Al_9Co_2), respectivement.
[53]	$α_2$-FeAlSi β-FeAlSi	30.0-64.0-6.0 33.0-55.0-2.0 25.0-63.0-12.0 30.0-55.0-15.0	Environ 80 particules extraites de l'alliage 6063 commercial d'aluminium ont été analysées par la technique EDAX. La taille et rapport Fe / Si dans $α_2$-FeAlSi ont été identifiées d'être 3 µm et 2,75 à 5,5 respectivement. Des chiffres similaires pour la β-FeAlSi étaient de 8 µm et 1,6 à 2,25.
[31]	β'-FeAlSi α''-FeAlSi	- - - - - -	Trouvée en fonte commerciale directe refroidi de l'alliages Al-Fe-Si. Les précipités ont été caractérisées par TEM/ STEM et EDAX Les structures cristallines de β'-FeAlSi et α''-FeAlSi se sont révélés d'être monoclinique (a = 890, b = 490, c = 4160 pm, β = 92 °) et quadratique (a = 1260, c = 3720 pm), respectivement. Le rapport Fe / Si dans β' était presque l'unité et que dans α'' était entre 7 et 9.
[36]	$α_v$-FeAlSi ($Fe3Al_{12.4\text{-}14.6}Si_{1.0\text{-}2.1}$)	31.6-63.1-5.3 27.0-63.5-9.5	Trouvé en refroidissement directe du coulé traité (400 à 600 ° C) de trois coulés industriels. La résistivité électrique et TEM / EDAX ont été réalisées pour caractériser les phases. La structure cristalline a été signalé d'être monoclinique (a = 847, b = 635, c=610 pm, β = 93,4 °).
[26]	$α_T$-FeAlSi ($Fe_3Al_{13}Si_{1.0\text{-}1.5}$) α-FeAlSi ($Fe_3Al_{13}Si_{1.0\text{-}2.0}$)	30.6-64.2-5.2- 29.9-62.6-7.5 29.2-61.0-9.8- 30.7-64.2-5.1	Trouvé dans une coulée directement refroidi de 10 alliages commerciaux d'aluminium qui ont été traités thermiquement entre 400 à 600 ° C. Les précipités ont été analysés par MET et les structures cristallines de $α_T$-FeAlSi and α-FeAlSi ont été rapportées comme étant c centrée monoclinique (a =

			2810, b = 3080, c = 2080 pm, β = 97,74 °) et bcc (a = 1 250 pm).
[54]	α-FeAlSi α'-FeAlSi β-FeAlSi αv-FeAlSi αT-FeAlSi		Trouvé dans un certain nombre d'alliages bande de casting dans la plage Al- (0,21 à 2,98%) Fe-(0,06 à 1,16%) Si en masse, et aussi après traitement thermique à 450 ° C pendant 1 semaine.
[55]		31.5-60.7-7.8	Trouvé dans un allige de coulée Al -(17 à 35) % Fe- (4 à 14) % Si en masse. Les précipités ont été caractérisés par diffraction des rayons X et analyse EDAX.
[56]	α-FeAlSi θ_1-FeAlSi θ_2-FeAlSi	25.0-69.7-5.3 25.8-70.5-3.7 27.8-68.8-3.4	Les alliages Al-Fe-Si dilués ayant des rapports de masse Fe / Si de 2 et 4 ont été étudiés. La formation de précipités a été signalée comme étant une fonction du rapport Fe / Si, la pureté de l'alliage, la vitesse de solidification et le traitement thermique de l'alliage. La composition et les structures cristallines des phases ont été analysées par EDAX et STEM. Les structures cristallines de α-FeAlSi, θ_1-FeAlSi et θ_2-FeAlSi se sont révélés à être bcc (a = 1 256 pm), c-centrée orthorhombique (avec une symétrie Cmmm et a = 1 270, b = 3 620, c = 1 270 pm) ,monoclinique (avec symétrie Pm et a = 1250, b = 1230, c =1930 pm, β =109 °) respectivement. Dans l'alliage commercial avec un rapport Fe / Si de 2, θ_1-FeAlSi se transforme en θ_2-FeAlSi par recuit à 600 ° C. Mais dans un alliage de haute pureté avec un rapport Fe / Si de 2, ni θ_1 ni θ_2-FeAlSi se forment, et α-FeAlSi se maintien après une longue recuit à 600 ° C.
[57]	α-FeAlSi β-FeAlSi	32.0-60.0-8.0 27.0-59.0-14.0	Les cristaux α et β ont été extraites de Al-4% Fe-5% Si et Al-4% Fe-10%Si (lingots), respectivement, qui ont été traités à la chaleur à 640 ° 590 ° C pendant 1 h. Les précipités ont été caractérisées par diffraction EPMA, rayons X et la spectroscopie Mössbauer.
[58]	α-FeAlSi β-FeAlSi	- - - - - -	Les phases α et β ont été après cristallisation complète de l'alliage amorphe $Fe_{14}Al_{74}Si_{12}$ obtenue par fusion-filage (vitesse de refroidissement: ~1.5.10^{6} °C/s).
[34]	---	27.0--73.0--0.0- 19.0-78.0-3.0	Trouvé dans Al-6%Fe (en masse) qui a été atomisé et extrudé à 400 ° C. La structure cristalline de la phase métastable a été signalé comme étant rhomboédrique (avec

			une symétrie R3c ou R3c, a = 890 pm, α = 111,8 °) ou hexagonale (a = 1,470, c = 780 pm). La phase ci-dessus n'était pas présente après un traitement thermique à 450° C pendant 54 h.
[59]	α_H-FeAlSi	33.5-58.5-8.0	Les alliages proche à la composition de Fe_2Al_8Si ont été préparés et recuits à 600 ° C pendant 1 mois. La diffraction X-ray de poudre et EPMA ont été utilisés pour caractériser la phase. Une structure hexagonale (a = 1240,56 ± 0,7, c = 2623,6 ± 0,2 pm ; avec une symétrie P6c / mmc) a été confirmée. Les détails des données de diffraction de poudre ont également été présentés.
[60]	α_C -FeAlSi α_H -FeAlSi	- - - - - -	Un certain nombre d'alliages ternaires dans l'état de fonte directement refroidi et de traités thermiquement (450 et 620 ° C) ont été étudiés par diffraction des rayons X, spectroscopie Mössbauer et EPMA. α_C-FeAlSi a été signalé à être métastable et se décompose en Fe_4Al_{13} et Si, qui à leur tour réagissent pour former α_H-FeAlSi.
[33]	α"-FeAlSi	30.9--65.4--3.7- 32.5-63.3-4.2	Trouvé dans une coulée directement refroidi d'un alliage Al-0,25%Fe-0,13%Si masse. Les précipités ont été analysés par EDAX, TEM et HREM. La structure cristalline a été signalé à être c-centrée orthorhombique (a = 1300, b = 3600, c = 1260pm).
[61]	α-FeAlSi β-FeAlSi γ-FeAlSi α_2-FeAlSi	28.0--66.0--6.0- 36.0-51.0-13.0 25.0--62.0--13.0- 28.0-56.0-16.0 31.0--60.0--9.0- 37.0-45.0-18.0 40.0--48.0--12.0- 42.0-42.0-16.0	Des alliages jusqu'à 20 à 35% en masse de Fe et 4 à 14% en masse de Si ont été étudiés. De coulée d'alliages ont été signalés pour contenir des phases non-équilibre. Les compositions des phases ternaires dépendent du traitement thermique. Les précipités ont été analysés par diffraction de rayons X et microanalyse par sonde électronique.
[27]	β-FeAlSi α_C-FeAlSi Hexagonal Rhombohedral	- - - - - - - - - - - -	β-FeAlSi (structure cubique) formé d'un alliage Al-0,5%Fe-1%Si masse, alors que les phases α_C-FeAlSi, hexagonales et rhomboédriques ont été formées dans un allaige Al-0,5%Fe-0,2Si masse. Les paramètres de maille des dernières trois phases sont : a = 1256 pm; a = 1776, c = 1088 pm; a = 2082 pm,α= 95,2° respectivement.
[28]	α-FeAlSi	- - - - - -	La décomposition des alliages Al- (10 à 14) % Fe-2%Si rapidement solidifié ont été

	α'-FeAlSi α"-FeAlSi		étudiées par TEM. α-FeAlSi forme à partir d'une phase amorphe à 380 ° C et a été signalé à être métastable et se décompose en α'-FeAlSi and α"-FeAlSi (super-réseau) au dessus de 430 ° C. Les structures cristallines de α-FeAlSi, α'-FeAlSi et α"-FeAlSi ont été signalés à être cubique (a = 1 250 pm), rhomboédrique (une symétrie R3 avec a = 2080pm, α= 95,2 °) ou c-hexagonale (a = 2080, c =3260pm) et trigonale (une symétrie P3 et a = 1776, c =1088pm) respectivement.
[62]	β-$FeAl_5Si$ β-$FeAl_4Si_2$	25.9--61.3--12.8- 26.6-60.1-13.3 25.9--48.8--25.3- 27.8-45.8-26.4	β-$FeAl_5Si$ a une structure monoclinique et Fe_4Si_2 a une structure tétragonale et leurs densités sont respectivement de 3,61 et de 3,36 $g.cm^{-3}$
[63]	δ-$Fe_3Al_{10}Si_2$	- - -	δ-$Fe_3Al_{10}Si_2$ a une structure b-face centrée orthorhombique avec des paramètres de maille a = 618.4, b = 625, c = 2,069 pm. La composition approximative correspond aux données EDS. Cependant, sur la base des données de densité de [13] et le volume de maille élémentaire mesurée, la formule proposée est Fe_2Al_5Si
[64]	β-$FeAl_5Si$	19.5--57.3--12.5- 26.8-67.9-15.8	Observée dans des alliages Al-7Si-0.3mg-0.6Fe, Al-7Si-0.3mg-0.8Fe, Al-7Si-0.3mg-0.64Fe-0.27Be et Al-7Si-0.3mg-1Fe-0.26Be (% en masse). La densité de β-phase est de 3,29 $g.cm^{-3}$.
[29]	α-Fe_2Al_8Si β-$FeAl_5Si$	31.7-60.0-8.3 25.1-61.9-13.0	Les phases α et β ont été observé dans un alliage Al-0,29%Fe-0,58%Si-0,58%Mg.α-Fe_2Al_8Si forme à partir deL <--> (Al) + α-Fe_2Al_8Si, et β-$FeAl_5Si$ de L+α-Fe_2Al_8Si <--> (Al) + β-$FeAl_5Si$. α-Fe_2Al_8Si est cubique avec a= 1250pm, β-$FeAl_5Si$ est monoclinique avec des paramètres de maille a = b = 612 pm, c = 4150 pm et β= 91 °.
[65]	δ-$FeAl_4Si_2$	25.9- 61.3- ??	Observée dans des allaiges Al-8%Fe-20% et Al-5%Fe-30%Si, refroidis à environ 10 °C/min. δ-$FeAl_4Si_2$ a une structure tétragonale, et il se transforme en phase satble $Fe_2Al_9Si_2$ p à 500 ° C.
[66]	α-Fe_2Al_8Si α'-(Fe,Al,Si) β-$FeAl_5Si$ γ-$FeAl_3Si$ δ-$FeAl_9Si_3$ $FeAl_4Si_2$	31.6-60.6-60.6 32.1-52.9-52.9 27.2-59.3-59.3 33.0--44.0--44.0- 38.0-54.0-54.0 15.0-65.0-65.0 25.4-49.1-49.1	Des intermétalliques massif ont été préparés à partir des poudres élémentaires poudres par synthèse auto-propagée (SHS). Cependant, seulement α-Fe_2Al_8Si et Fe_2Al_8Si étaient monophases.

[67]	β-(Fe-Al-Si)		Observée à Al-7Si-0,3mg-0.6Fe (% en masse) alliage préparé par [1996Mur]. Ils ont constaté que β-$FeAl_5Si$ est en fait un composite multiphasique. Une phase orthorhombique a-centrée (groupe d'espace Cmcm, # 63) avec a = 618, b = 620 et c= 2 080 pm a été observée.
[68]	α_C-FeAlSi		Observée dans un alliage 6xxx contenant 0,3% en masse de Fe, 0,6% en masse de Si et 0,8% en masse de Mg. La phase cubique α_C-FeAlSi peut se former par L+Fe_4Al_{13} <--> (Al) + α_C-FeAlSi et L<-->(Al)+ α_C-FeAlSi. Le rapport atomique Al: Fe: Si dans α_C-FeAlSi peut varier de 7: 4: 1 à 9: 5: 1.
[9]	τ_1/τ_9: $Fe_3(Al_{0.4}Si_{0.6})_5$ τ_2: $Fe_2(Al_{1-x}Si_x)_7$ 0.2 < x < 0.33 τ_3: $FeAl_{2.25}Si_{0.75}$ τ_4: $FeAl_3Si_2$ τ_5: $Fe_2Al_{7.4}Si$ τ_6: $FeAl_{4.5}Si$ τ_7: $FeAl_{1.5}Si_{1.5}$ τ_8: $FeAl_{0.67}Si_{1.33}$ τ_{10}: $Fe_5Al_{12}Si_3$	- -	Toutes les phases ternaires existent à 550 ° C. Auparavant rapporté τ_1 et τ_9 [7] ont été supposées d'être une seule phase avec une large gamme d'homogénéité.
[69]	α-FeAlSi β-FeAlSi	- - - - - -	Observé dans un alliage modèle de 6xxx contenant 0,3% en masse de Fe, 0,6% en masse de Si et 0,8% en masse de Mg. α-FeAlSi peut être cubique simple avec a =1252 pm, ou bcc avec a = 1256 pm. β-FeAlSi est monoclinique. Ils peuvent se former par des réactions suivantes: L+Fe_4Al_{13}<--> (Al) + α-FeAlSi, L<--> (Al) + α-FeAlSi, et L+β-FeAlSi <--> (Al) + β-FeAlSi. La phase β-FeAlSi est metastable.

Al-Fe
1232 p_1 $l + \alpha_2 \rightleftharpoons \varepsilon$
1165 e_5 $l \rightleftharpoons \eta + \varepsilon$
1160 e_6 $l \rightleftharpoons \eta + Fe_4Al_{13}$
1156 p_2 $\varepsilon + \eta \rightleftharpoons FeAl_2$
1102 e_7 $\varepsilon \rightleftharpoons \alpha_2 + FeAl_2$

Al-Fe-Si
ca.1150 $L+Fe_2Si \rightleftharpoons \alpha_1+FeSi$ U_1
$L+\alpha_1+FeSi$
$FeSi+\alpha_1+Fe_2Si$
1120 $L + \varepsilon \rightleftharpoons \alpha_2 + \eta$ U_2
$\varepsilon+\alpha_2+\eta$
$L+\alpha_2+\eta$
1050 $L + \alpha_1 + FeSi \rightleftharpoons \tau_1$ P_1
$L+\alpha_1+\tau_1$
$\alpha_1+FeSi+\tau_1$
1030 $L + \alpha_2 \rightleftharpoons \eta + \tau_1$ U_3
$L+FeSi+\tau_1$
$\eta+L+\tau_1$
$\alpha_2+\eta+\tau_1$
1020 $L + \eta \rightleftharpoons Fe_4Al_{13} + \tau_1$ U_4
1000 $L + FeSi \rightleftharpoons FeSi_2(h) + \tau_1$ U_5
$Fe_4Al_{13}+\eta+\tau_1$
$Fe_4Al_{13}+L+\tau_1$
$FeSi+FeSi_2(h)+\tau_1$
940 $L + Fe_4Al_{13} + \tau_1 \rightleftharpoons \tau_2$ P_2
$L+FeSi_2(h)+\tau_1$
$L+\tau_1+\tau_2$
$Fe_4Al_{13}+\tau_1+\tau_2$
$Fe_4Al_{13}+L+\tau_2$
935 $L + \tau_1 + \tau_2 \rightleftharpoons \tau_7$ P_3
$L+\tau_1+\tau_7$
$\tau_7+\tau_1+\tau_2$
885 $L + \tau_1 \rightleftharpoons FeSi_2(r) + \tau_7$ U_6
$L+\tau_2+\tau_7$
$L+FeSi_2(r)+\tau_7$
$\tau_1+FeSi_2(r)+\tau_7$

Al-Si

Fe-Si
1212 e_1 $l \rightleftharpoons FeSi+FeSi_2(h)$
1207 e_2 $l \rightleftharpoons FeSi_2(h)+(Si)$
1203 e_3 $l \rightleftharpoons FeSi+Fe_2Si$
1200 e_4 $l \rightleftharpoons \alpha_1 + Fe_2Si$
1060 p_3 $Fe_2Si+FeSi \rightleftharpoons Fe_5Si_3$
1040 e_8 $Fe_2Si \rightleftharpoons Fe_5Si_3+Fe_3Si$
982 p_4 $FeSi+FeSi_2(h) \rightleftharpoons FeSi_2(r)$
937 e_9 $FeSi_2(h) \rightleftharpoons FeSi_2(r)+(Si)$

Figure 1.a : Al-Fe-Si. Schéma des réactions, partie 1 [1]

Fe-Si
825 e_{10}
$Fe_5Si_3 \rightleftharpoons \alpha_2 + FeSi$

Al-Si
577 e_{12}
$l \rightleftharpoons (Al) + (Si)$

Al-Fe-Si
$L+FeSi_2(h)+(Si)$
$L+FeSi_2(r)+\tau_7$
880 U_7 $L + FeSi_2(r) \rightleftharpoons \tau_7 + (Si)$
$FeSi_2(r)+\tau_7+(Si)$
$L+\tau_7+(Si)$
$L+\tau_2+\tau_7$
865 P_4 $L + \tau_7 + (Si) \rightleftharpoons \tau_4$
$\tau_7+(Si)+\tau_4$
$L+\tau_7+\tau_4$
$L+(Si)+\tau_4$
835 U_8 $L + \tau_7 \rightleftharpoons \tau_2 + \tau_4$
$\tau_7+\tau_2+\tau_4$
$L+\tau_2+Fe_4Al_{13}$
855 P_5 $L + Fe_4Al_{13} + \tau_2 \rightleftharpoons \tau_5$
$Fe_4Al_{13}+\tau_2+\tau_5$
$L+\tau_2+\tau_5$
$L+\tau_2+\tau_4$
790 U_9 $L + \tau_2 \rightleftharpoons \tau_4 + \tau_5$
$\tau_2+\tau_4+\tau_5$
$L+\tau_2+\tau_5$
$L+Fe_4Al_{13}+\tau_5$
700 P_6 $L + \tau_4 + \tau_5 \rightleftharpoons \tau_6$
$\tau_4+\tau_5+\tau_6$
$L+\tau_4+\tau_6$
632 U_{10} $L + Fe_4Al_{13} \rightleftharpoons (Al) + \tau_5$
$Fe_4Al_{13}+(Al)+\tau_5$
$L+(Al)+\tau_5$
$L+\tau_5+\tau_6$
613 U_{11} $L + \tau_5 \rightleftharpoons (Al) + \tau_6$
$\tau_5+(Al)+\tau_6$
$L+(Al)+\tau_6$
600 U_{12} $L + \tau_4 \rightleftharpoons \tau_6 + (Si)$
$\tau_4+\tau_6+(Si)$
$L+\tau_6+(Si)$
573 E_1 $L \rightleftharpoons \tau_6 + (Al) + (Si)$
$\tau_6+(Al)+(Si)$

Al-Fe
655 e_{11}
$l \rightleftharpoons Fe_4Al_{13} + (Al)$

Figure 2.b: Al-Fe-Si. Schéma des réactions, partie 2 [1]

Références

[1] Ghosh G. Al-Fe-Si system. In: Light Metal Ternary Systems: Phase Diagrams, Crystallographic and Thermodynamic Data. Volume 11A2; series Landolt-Börnstein 2005 - Group IV Physical Chemistry

[2] Pisch, A., “Al-Fe (Aluminum-Iron)”, MSIT Binary Evaluation Program, in MSIT Workplace, Effenberg, G. (Ed.), MSI, Materials Science international Services GmbH, Stuttgart; to be published, (2003) (Equi. Diagram, Assessment, Crys. Structure, 58)

[3] Masumoto, H., 1936. Science Report Tohoku Imp. University 25.

[4] Takeda, H.P., Mutuzaki, K., “The Equilibrium Diagram of the Iron-Aluminium-Silicon System” (en japonais), Tetsu to Hagane, 26, 335-361 (1940) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 27)

[5] Murav´eve, A.A., German, N.V., Zarechnyuk, O.S., Gladyshevskii, E.I., “Ternary Compounds of the Fe-Al-Si System” (en russe), Proc. 2nd All-Union Conf. on Crys.Chem. Intermet. Compounds, L'vov, October, 35-36 (1974) (Crys. Structure, Experimental,*)

[6] Zarechnyuk, O.S., German, N.V., Yanson, T.I., Rykhal, R.M., Murav'eva, A.A., “Some Phase Diagrams of Aluminium with Transition Metals, Rare Earth Metals and Silicon” (en russe), in “Fazovje Ravnovesija v Metallicheskych Splavach”, Nauka, Moscow, 69-71 (1981) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, #, *, 5)

[7] Ghosh, G., “Aluminium-Iron-Silicon”, MSIT Ternary Evaluation Program, in MSIT Workplace, Effenberg, G. (Ed.), MSI, Materials Science International Services GmbH, Stuttgart; Document ID: 10.14596.1.20, (1992) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Assessment, 134)

[8] Yanson, T.I., Manyako, M.B., Bodak, O.I., German, N.V., Zarechnyuk, O.S., Cerny, R., Pacheko, J.V., Yvon, K., “Triclinic Fe3Al2Si3 and Orthorhombic Fe3Al2Si4 with New Structure Types”, Acta Crystallogr., Sect. C: Cryst. Struct. Commun., C52, 2964-2967 (1996) (Crys. Structure, Experimental, 15)

[9] Krendelsberger N., “Constitution of the Systems Aluminium-Manganese-Silicon, Aluminium-Iron-Silicon, und Aluminium-Iron-Manganese-Silicon”, Tezisy Inst. Phys. Chem. Univ., Vienna, 2001 (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, #, *, 83)

[10] Armand, M., “ liquidation et diagramme d'équilibre: Applications aux alliages Aluminium-Fer-Silicium” (en français), Congrés International de l'Aluminium, Paris, 1954, Revue de l'Aluminium, 1, 305-327 (1955) (Crys. Structure, Experimental, *, 9)

[11] Munson, D., “A Clarification of the Phases Occuring in Aluminium-Rich Aluminium-Iron-Silicon Alloys with Particular Reference to the Ternary Phase α-AlFeSi”, J. Inst . Met., 95, 217-219 (1967) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, *, 12) (1983), translated from Fiz. Met. Metalloved., 56(4), 750-757 (1983) (Crys. Structure, Experimental, *, 12)

[12] Panday, P.K., Schubert, K., “Structure Studies in Some Alloys T-B3-B4 (T Mn, Fe, Co, Ir, Ni, Pd; B4 = Si, Ge)” (en allemand), J. Less-Common Met., 18, 175-202 (1969) (Crys. Structure, Experimental, *, 32)

[13] Phragmen, G., “On the Phase Occurring in Alloys of Aluminium with Copper, Magnesium, Manganese, Iron and Silicon”, J. Inst. Met., 77, 489-552 (1950) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 67)

[14] Corby, R.N., Black, P.J., “The Structure of α-AlFeSi by Anomalous Dispersion Method”,Acta Crystallogr. B: Struct. Crystallogr. Crys. Chem., 33B, 3468-3475 (1977) (Crys. Structure, Experimental, *, 18)

[15] Griger, A., Lendrai, A., Stefaniay, V., Turmezey, T., “On the Phase Diagrams of the Al-Fe and Al-Fe-Si Systems”, Mater. Sci. Forum, 13/14, 331-336 (1987) (Equi. Diagram, Experimental, 9) ; 359-409

[16] Vybornov, M., Rogl, P., Sommer, F., “The Thermodynamic Stability and Solid Solution Behavior of the Phases τ5-Fe2Al7.4Si and τ6-Fe2Al9Si2”, J. Alloys Compd., 247, 154-157 (1997) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, Review, 7)

[17] Spiegelberg, A.P.W., Danielsson, S.L.A., Astroem, H., “The Crystal Structure of Some Phases Occurring in Alloys of Aluminium, Iron and Silicon and Their Relationship to other Phases”, Acta Crystallogr., 7, 634 (1954) (Crys. Structure, Experimental, *, 4)

[18] Obinata, I., Komatsu, N., “On the Phases Occuring in Alloys of Aluminium with Iron and Silicon” (en japonais), Nippon Kinzoku Gakkaishi, 19, 197-201 (1955) (Crys. Structure, Experimental, 30)

[19] Romming, Chr., Hansen, V., Gjonnes, J., “Crystal Structure Of Beta-Al4.5FeSi”, Acta Crystallogr., Sect. B: Struct. Crystallogr. Crys. Chem., B50(3), 307-312 (1994) (Crys. Structure, Experimental, 10)

[20] Gueneau, C., Servant, C., Ansara, I., “Experimental and Thermodynamic Assessments of Substitutions in the AlFeSi, FeMnSi, FeSiZr and AlCaFeSi Systems”, “Appl. Thermodyn. Synth. Procee. Mater.”, Proc. Symp., Nash, P., Sundman, B. (Eds.), The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, Pa, 303-317 (1995) (Expermental, Theory, 19)

[21] German, N.V., Zavodnik, V.E., Yanson, T.I., Zarechnyuk, O.S., “Crystal Structure of $FeAl_2Si$”, Sov. Phys. Crystallogr., 34(3), 439-440 (1989) (Crys. Structure, Experimental, 5)

[22] Sergeev, L.N., Rimmer, B.I, “Constitution of the System Aluminium-Iron-Silicon” (en russe), Metallurgia, (9/10), 112-125 (1937) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Review)

[23] Cooper, M., “The Crystal Structure of the Ternary Alloys S-AlFeSi”, Acta Crystallogr., 23, 1106-1107 (1967) (Crys. Structure, Experimental, *, 5)

[24] Sun, C.Y., Mondolfo, L.F., “A Clarification of the Phases Occuring in Al-Rich Al-Fe-Si Alloys”, J. Inst. Met., 95, 384 (1967) (Crys. Structure, Experimental, *, 2)

[25] Simensen, C.J., Vellasamy, R., “Determination of Phases Present in Cast Material of an Al-0.5 wt.% Fe-0.2 wt.% Si Alloy”, Z. Metallkd., 68, 428-431 (1977) (Crys. Structure, Experimental, 10)

[26] Dons, A.L., “Superstructure in "-Al(MnFeCrSi)”, Z. Metallkd., 76, 151-153 (1985) (Crys. Structure, Experimental, *, 11)

[27] Turmezey, T., “AlFe and AlFeSi Intermetallic Phases in Aluminum Alloys”, Mater. Sci. Forum, 13/14, 121-132 (1987) (Crys. Structure, Experimental, 12)

[28] Bendersky, L.A., Biancaniello, F.S., Schaefer, R.J., “Amorphous Phase Formation in Al70Si17Fe13 Alloys”, J. Mater. Res., 2, 427-430 (1987) (Experimental, 21)

[29] Mulazimoglu, M.H., Zaluska, A., Gruzleski, J.E., Parray, F., “Electron Microscopy Study of Al-Fe-Si Intermetallics in 6021 Aluminum Alloys”, Metall. Mater. Trans. A, 27A, 929-936 (1996) (Crys. Structure, Experimental, 48)

[30] Nowotny, H., Komerek, K., Kromer, J., “An Investigation of the Ternary System: Aluminium-Iron-Silicon” (in German), Berg- u. Huettenmn. Monatsh. Hochsch. Loeben, 96, 161-169 (1951) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, *, 31)

[31] Westgren, H., “Formation of Intermetallic Compounds During DC Casting of Commercial Purity Al-Fe-Si Alloy”, Z. Metallkd., 73, 361-368 (1982) (Crys. Structure, Experimental, 24)

[32] Jaeniche, W., “On the System Aluminium-Iron-Silicon” (en allemand), Alum. Arch., (5), 1-21 (1936) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, #, *, 28)

[33] Skjerpe, P., “Intermetallic Phases Formed during DC-Casting of an Al-0.25 wt.% Fe-0.13 wt.% Si Alloy”, Metall. Trans. A, 18A, 189-200 (1987) (Crys. Structure, Experimental, 35)

[34] Chandrasekaran, M., Lin, Y.P., Vincent, R., Staniek, G., “The Structure and Stability of Some Intermetallic Phases in Rapidly Solidified Al-Fe”, Scr. Metall., 22, 797-802 (1988) (Crys. Structure, Experimental, 9)

[35] Pratt, J.N, Raynor, G.V"Intermetallic Compounds in Ternary Aluminium-rich Alloys Containing Transitional Metals",Proc. Roy. Soc. A, A205, 103-118(1951)(Theory, 14)

[36] Dons, A.L., "AlFeSi-Particles in Commercial Pure Aluminium", Z. Metallkd., 75, 170-174 (1984) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 10)

[37] Gwyer, A.G.C., Phillips, H.W.L., "The Ternary System: Aluminium-Silicon-Iron" in „The Constitution of Alloys with Silicon and Iron", J. Inst. Met., 38, 44-83 (1927) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 9)

[38] Dix, Jr., E.H., Heath, Jr., A.C., "Equilibrium Relations in Aluminium-Silicon and Aluminium-Iron-Silicon Alloys of High Purity", Trans. AIME, Inst. Met. Div., 164-197 (1928) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 39)

[39] Fink, W.L., Van Horn, K.R., "Constituents of Aluminium-Iron-Silicon Alloys", Trans. AIME, Inst. Met. Div., 383-394 (1931) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 12)

[40] Fuss, V., "The Constitution of Aluminium-rich Al-Fe-Si Alloys" (in German), Z. Metallkd

[41] Nishimura, H., "An Investigation of Al-rich Al-Fe-Si Alloys" (in Japanese), Tetsu to Hagane, 18, 849-860 (1932) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 40)

[42] Nishimura, H., "Investigation of Ternary Aluminium Alloy Systems: Al-rich Al-Fe-Si System", Mem. Coll. Eng. Kyoto Univ., 7, 285-303 (1933) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 13)

[43] Bosshard, M., "Diffusional Research as a Means for the Simple Micrographic Detection of Compound Formation between Alloy Constituents in Ternary and Multicomponent Systems" (in German), Aluminium, 17, 477-481 (1935) (Experimental, 1)

[44] Urasov, G.G., Shashin, A.V., "Constitution of the (Ternary) Aluminium Alloys with Silicon and Iron" (in Russian), Metallurgia, (4), 27-41 (1937) (Equi. Diagram, Experimental)

[45] Phillips, H.W.L., Varley, P.C., "Constitution of Alloys of Aluminium with Magnesium, Silicon and Iron", J. Inst. Met., 69, 317-350 (1943) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 11)

[46] Robson, K., Black, P.J., "An X-ray Examination of an α-(Al-Fe-Si) Ternary Compound", Philos. Mag., 44, 1392-1397 (1953) (Crys. Structure, Experimental, *, 10)

[47] Black, P.J., "Brillouin Zones of Some Intermetallic Compounds", Philos. Mag., 46, 401-409 (1955) (Crys. Structure, Experimental, *, 23)

[48] Sperry, P.R., "The Intermetallic Phases in 2024 Aluminum Alloys", Trans. ASM, 48, 904-918 (1956) (Experimental, 11)

[49] Lainer, D.A., Kurakin, A.K., “Mechanism of the Influence of Silicon in Aluminium on the Reaction Diffusion of Iron”, Phys. Met. Metallogr., 18, 134-137 (1964), translated from Fiz. Met. Metalloved., 18, 145-148 (1964) (Crys. Structure, Experimental, 13)

[50] Kowatschewa, R., Dafinowa, R., Kamenowa, Z., Momtschilov, E., “Metallographic Determination of Intermetallic Compounds in Aluminium Alloys”, Metallography, 10, 131-143 (1973) (Crys. Structure, Experimental, 9)

[51] Barlock, J.G., Mondolfo, L.F., “Structure of Some Aluminum-Iron-Magnesium-Silicon Alloys”, Z. Metallkd., 66, 605-611 (1975) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, *, 7)

[52] Hoeier, R., Lohne, O., Moertvedt, S.T., “AlFeSi-Particles in an Al-Mg-Si-Fe Alloy”, Scand. J. Metall., 6, 36-37 (1977) (Crys. Structure, Experimental, *, 3)

[53] Mora, R., “The Determination of the Al-Fe-Si Phase in Homogenized Aluminium Alloy 6063” (en espagnol), Rev. Metall., 15, 91-95 (1979) (Crys. Structure, Experimental, *, 15)

[54] Dons, A.L., “AlFeSi-Particles in Industrially Cast Aluminium Alloys”, Z. Metallkd., 76, 609-612 (1985) (Experimental, 14)

[55] Griger, A., Stefaniay, V., Turmezey, T., “Analysis of Ternary Al-Fe-Si Phases on High Purity Base”, Proc.: 6th Int. Symp. High Purity Mater. Sci. Techn., Supplement, Dresden, GDR, 6-10 May, 187-188 (1985) (Experimental)

[56] Liu, P., Dunlop, G.L., “Long-range Ordering of Vacancies of BCC α-AlFeSi”, J. Mater. Sci., 23, 1419-1424 (1988) (Crys. Structure, Experimental, 20)

[57] Suzuki, H., Arai, K., Shiga, M., Nakamura, Y., “Mössbauer Effect of Al-Fe-Si Intermetallic Compounds”, Metall. Trans. A, 16A, 1937-1942 (1985) (Experimental, 22)

[58] Dunlap, R.A., Dini, K., “Amorphization of Rapidly Quenched Quasicrystalline Al-Transition Metal Alloys by the Addition of Si”, J. Mater. Res., 1, 415-419 (1986) (Crys. Structure, Experimental, 19)

[59] Cziraki, A., Fogarassy, B., Oszko, A., Szabo, I., Teravaginov, A., Reibold, M., “Effect of Heat Treatment on the Microstructure of Cast Al-Fe-Si Alloys”, Mater. Sci. Forum, 13-14, 343-350 (1987) (Crys. Structure, Experimental, 5)

[60] Nagy, S., Homonnay, Z., Vertes, A., Murgas, L., “Mössbauer Investigation of Iron in Aluminium. II. Al-Fe-Si Samples”, Acta Metall., 35, 741-746 (1987) (Experimental, 2)

[61] Stefaniay, V., Griger, A., Turmezey, T., “Intermetallic Phases in the Aluminum-Side Corner of the AlFeSi-Alloy System”, J. Mater. Sci., 22, 539-546 (1987) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, #, *, 13)

[62] Zakharov, A.M., Gul´man, I.T., Arnol´d, A.A., Matsenko, Yu.A., “Phase Diagram of the Aluminium-Silicon-Iron System in the Concentration Range of 10-14% Si and 0-3% Fe”, Russ. Metall., (3), 177-180 (1988) (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 8)

[63] Carpenter, G.J.C., Le Page, Y., “Revised Cell Data for the β-FeSiAl Phase in Aluminum Alloys”, Scr. Metall. Mater., 28, 733-736 (1993) (Crys. Structure, Experimental, 6)

[64] Murali, S., Guru Row, T.N., Sastry, D.H., Raman, K.S., Murthy, K.S.S., “Crystal Structure of B-FeSiAl5 and (Be-Fe)-BeSiFe2Al8 Phases”, Scr. Metall. Mater., 31(3), 267-271 (1994) (Experimental, 13)

[65] Choi, Y.S., Lee, L.S., Kim, W.T., Ra, H.Y., “Solidification Behavior of Al-Si-Fe Alloys and Phase Transformation of Metastable Intermetallic Compound by Heat Treatment”, J. Mater. Sci., 34(9), 2163-2168 (1999) (Equi. Diagram, Experimental, 14).

[66] Sritharan, T., Murali, S., Hing, P., “Synthesis of Aluminium-Iron-Silicon Intermetallics by Reaction of Elemental Powders”, Mater. Sci. Eng. A, A286, 209-217 (2000) (Crys. Structure, Experimental, 18)

[67] Zheng, J.G., Vincent, R., Steeds, J.W., “Crystal Structure of an Orthorhombic Phase in beta-(Al-Fe-Si) Precipitates Determined by Convergent-Beam Electron Diffraction”,Philos. Mag. A, A80(2), 493-500 (2000) (Crys. Structure, Experimental, 11)

[68] Hsu, G., O´Reilly, K.A.Q., Cantor, B., Hamerton, R., “Non-Equilibrium Reactions in 6xxx Series Al Alloys”, Mater. Sci. Eng. A, A304-A306, 119-124 (2001) (Equi. Diagram, Experimental, 14)

[69] Sha, G., O´Reilly, K., Cantor, B., Worth, J., Hamerton, R., “Growth Related Metastable Phase Selection in a 6xxx Series Wrought Al Alloy”, Mater. Sci. Eng. A, A304-A306, 612-616 (2001) (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, 9)